



Déshydratation assistée thermiquement couplant essorage et micro-ondes

Xabier Apaolaza Pagoaga

► To cite this version:

Xabier Apaolaza Pagoaga. Déshydratation assistée thermiquement couplant essorage et micro-ondes. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2014. Français. NNT : 2014BORD0276 . tel-01160359

HAL Id: tel-01160359

<https://theses.hal.science/tel-01160359>

Submitted on 5 Jun 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX**

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR
SPÉCIALITÉ : MÉCANIQUE

par Xabier APAOLAZA PAGOAGA

**DÉSHYDRATATION ASSISTÉE
THERMIQUEMENT COUPLANT
ESSORAGE ET MICRO-ONDES**

Sous la direction de : Wahbi JOMAA
(co-directeurs : Marc VALAT et Alain SOMMIER)

Soutenue le 19 Décembre 2014

Membres du jury :

M. PUIGALLI Jean-Rodolphe, Professeur, Université de Bordeaux
Mme. ARLABOSSE Patricia, Maître Assistant HDR, École des Mines d'Albi-Carmaux
M. VOROBIEV Eugène, Professeur, Université de Technologie de Compiègne
M. BEM AIM Roger, Professeur, INSA Toulouse
M. JOMAA Wahbi, Professeur, Université de Bordeaux
M. OLIVIER Jeremy, Maître de Conférences, Université de Pau et des Pays de l'Adour
M. SOMMIER Alain, Ingénieur de Recherche, CNRS
M. VALAT Marc, Maître de Conférences, Université de Bordeaux
M. GINISTY Pascal, Docteur, IFTS
M. ROCHAS Jean-François, Docteur, CETIAT

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur
invité
invité

Amonari eta Alfredori
Bi pertsona oso azkarrei
Bihotz bihotzez
Sudur puntan jarri zaidalako

In this house we obey
the laws of thermodynamics

Homer Jay Simpson

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier tous les membres de l'Institut de Filtration et Techniques Séparatives au sein duquel j'ai effectué la moitié de ma thèse, spécialement Pascal GINISTY coordinateur du projet DATCEMO et responsable du CEOPS, tout le CEOPS, le bureau d'études et tous les grands travailleurs de l'atelier.

Je remercie également Vincent EDERY et Christophe PEUCHOT pour m'avoir accueilli au sein de l'IFTS.

Je remercie également tous les membres du Laboratoire I2M-Département TREFLE au sein duquel j'ai effectué l'autre moitié de ma thèse ainsi que mes directeurs de thèse, Wahbi JOMAA, Marc VALAT et Alain SOMMIER pour m'avoir permis de réaliser cette thèse, pour leurs conseils scientifiques et techniques et leur soutien durant ces trois dernières années.

Je voudrais remercier spécialement Marc VALAT, pour ses qualités scientifiques et humaines et remarquer tout le travail qu'il a fait. Il a été vraiment un plaisir travailler avec toi et tu es quelqu'un de très bien !

Je remercie également Éric ARQUIS et Jean-Christophe BATSALE pour m'avoir accueilli au sein du Département TREFLE du Laboratoire I2M.

Je remercie Patricia ARLABOSSE et Eugène VOROBIEV pour avoir rapporté ma thèse, Jean-Rodolphe PUIGALLI pour avoir présidé le jury de ma thèse et ses conseils, ainsi que Roger BEN AIM et Jeremy OLIVIER pour avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse et Jean-François ROCHAS pour avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse et surtout pour son aide avec le chauffage diélectrique.

Merci à ADEME et Total pour avoir financé le projet DATCEMO et à tous les participants du comité de pilotage industriel pour ses aides précieuses.

Merci à l'éducation publique et à mes parents qui m'ont permis d'avoir une éducation de qualité.

À l'extérieur de l'entourage scientifique, spécialement merci à Mariña de m'avoir soutenue et aidée durant les moments les plus désagréables d'une

thèse et d’avoir profité avec moi des moments agréables. À Iñigo pour m’avoir aidé avec L^AT_EX et les pintes de bières.

En générale merci beaucoup à tout le monde qui a participé d’une façon ou d’une autre dans ma thèse.

Résumé

Dans de nombreux procédés industriels apparaît une étape de séparation liquide/solide qui est très souvent effectuée en combinant en série une séparation mécanique et une séparation thermique (séchage). L'intégration d'un apport thermique dans un équipement de séparation mécanique offre de nombreux avantages (investissement réduit, productivité améliorée, encombrement limité...). Par ailleurs, l'utilisation simultanée des effets mécaniques et thermiques peut conduire dans certains cas à des synergies permettant une utilisation optimisée de l'énergie. Un apport thermique par chauffage diélectrique peut être adapté à une essoreuse. L'objectif de la thèse est de concevoir et réaliser un prototype à l'échelle semi-industrielle dans le but de démontrer l'intérêt énergétique d'une telle technique. Les résultats obtenus sont :

- Le développement et l'instrumentation complète d'un pilote d'essoreuse autorisant l'insertion des micro-ondes.
- La mise en évidence d'une synergie entre les phénomènes de séchage induits par un chauffage diélectrique et les effets centrifuges liés à la rotation du panier dans de cas des bobines textiles.
- La modélisation de différents phénomènes physiques liés à l'essorage de gâteaux de filtration, à l'évaluation de leur permittivité complexe, à la connaissance du champ électromagnétique, aux écoulements d'air utilisés pour l'extraction de la vapeur et à la détermination des transferts de masse et de chaleur.

Mots clés : Nouveau Procédé, Efficacité énergétique, Déshydratation, Séchage, Filtration, Essorage, Drainage, Micro-ondes, Pilot expérimental et Instrumentation.

Abstract

In a lot of industrial processes, liquid/solid separation is carried out by combination of mechanical and thermal separation (drying). Thermal drying in a mechanical separation device offers a lot of advantages (lower investment, higher productivity, limited footprint...). Moreover, coupling mechanical and thermal effects may lead in some cases to synergic effects allowing an optimal use of energy. Thermal input by dielectric heating may be adapted to a centrifuge. The objective of the project is to design and produce a prototype at pilot scale in order to point out the energetic interest of such a process. So, mechanical separation (centrifuge filtration, drainage) and dielectric heating have to be used simultaneously. Pilot instrumentation will allow to control key parameters of the coupled operation and the global energy consumption. Main results are :

- The development and the full instrumentation of a centrifuge pilot allowing implement of microwaves.
- The demonstration of a synergy, in the case of textile spools, between drying effects generated by dielectric heating and centrifuge effects generated by centrifuge basket rotation .
- The simulation of different physical phenomena linked to filtration cake drainage, dielectric constants assessment, determination of electromagnetic field, air flow used for vapor extraction and determination of heat and mass transfers.

Keywords : New processes, Energy efficiency, Mechanical dewatering, Drying, Filtration, Drainage, Microwave, Experimental pilot and Instrumentation.

Table des matières

Table des matières	IX
Table des figures	XVII
Nomenclature	XXIX
1 Contexte industriel et présentation de l'étude	1
1.1 Description des technologies utilisées	2
1.1.1 L'essoreuse centrifuge	2
1.1.2 Chauffage diélectrique	3
1.1.2.1 Micro-ondes	4
1.1.2.2 Hautes fréquences	5
1.2 Intérêt du procédé couplant essorage et chauffage diélectrique	6
1.2.1 Comparaison entre chauffage diélectrique et convectif .	6
1.2.2 Intérêt du couplage	8
1.3 Les marchés visés	9
1.4 Perspectives du couplage essorage & chauffage diélectrique . .	11
1.5 Présentation de l'étude	12
2 Éléments bibliographiques sur la filtration, l'essorage et le séchage MO	15
2.1 Filtration	16
2.1.1 Filtration frontale	16
2.1.2 Filtration sur gâteau compressible	17
2.1.2.1 Concept de pression solide	18
2.1.2.2 Équation de Ruth pour matériaux compressibles	19
2.1.2.3 Théorie de Tiller : paramètres de compressibilité	20
2.1.2.4 Théorie de Yim	21
	IX

TABLE DES MATIÈRES

2.1.3	Colmatage du média filtrant	22
2.1.4	Phénomène de sédimentation au cours de la filtration	22
2.1.4.1	Théorie de la sédimentation de Kynch	23
2.1.4.2	Modèle de Buscall et White	23
2.2	Filtration centrifuge	23
2.2.1	Modèles de filtration centrifuge	25
2.2.1.1	Modèle de filtration centrifuge pour gâteaux incompressibles	25
2.2.1.2	Modèle de filtration centrifuge pour gâteaux compressibles	26
2.3	Drainage et Essorage	26
2.3.1	Écoulement diphasique en milieu poreux	26
2.3.1.1	Modèle de Darcy généralisé	27
2.3.1.2	Pression capillaire	27
2.3.1.3	Relations $p_c(S_l)$ et $k_{rl}(S_l)$	28
2.3.2	Modèles d'essorage	29
2.3.2.1	Modèle capillaire	30
2.3.2.2	Modèle d'écoulement en film	31
2.3.2.3	Modèle basé sur les équations de Darcy généralisées	32
2.4	Séchage micro-ondes	33
2.4.1	Différents types de séchage	34
2.4.1.1	Séchage basse température	34
2.4.1.2	Séchage haute température	35
2.4.2	Théorie de Whitaker	35
2.4.2.1	Modèle de Moyne et Perré	36
2.4.2.2	Modèle de Grolmes et Bergman	37
2.4.2.3	Modèle de Chen et Schmidt	37
2.4.2.4	Modèle de Wang et Al.	37
2.4.3	Période du mouvement du liquide ou le phénomène de ruissellement	39
2.4.4	Source d'énergie micro-ondes	40
2.4.5	Champ électrique	41
2.4.6	Permittivité complexe	42
2.4.6.1	Méthodes de mesure de la permittivité complexe	42
2.4.6.2	Permittivité diélectrique de l'eau	43
2.4.6.3	Modèles diélectriques de sols humides	45

3	Détermination des paramètres caractéristiques de la filtration et de l'essorage	49
3.1	Détermination de la résistance hydraulique du gâteau	51
3.2	Détermination de la perméabilité du gâteau	52
3.3	Détermination de la porosité du gâteau	52
3.4	Détermination de la pression d'entrée	53
3.5	Détermination de la saturation irréductible et de l'indice de distribution de taille de pore	53
4	Développement du pilote expérimental	57
4.1	Dispositif expérimental dans son état initial	58
4.2	Cahier des charges du nouveau dispositif	61
4.3	Améliorations du pilote existant	63
4.3.1	Système d'alimentation de la suspension	63
4.3.2	Toile filtrante	65
4.4	Mise en œuvre des micro-ondes	66
4.4.1	Détermination du champ E	66
4.4.1.1	Validation du code de calcul	66
4.4.2	Applications de micro-ondes avec une machine vibrante	69
4.4.2.1	Guide d'onde sans contact	74
4.4.3	Adaptation d'impédance du système	74
4.4.4	Adaptation et protection des capteurs	76
4.4.5	Étanchéité du système	76
4.5	Système d'extraction de vapeur	77
4.5.1	Étude de l'aéraulique dans la machine	78
4.5.1.1	Simulation de l'écoulement d'air dans la machine	78
4.5.1.2	Validation du code de calcul	79
4.5.1.3	Principales caractéristiques de l'écoulement d'air dans la machine	80
4.5.2	Système de traitement de l'air injecté	81
4.5.3	Système d'extraction localisé à la surface du gâteau . .	82
4.6	Instrumentation du pilote	84
4.6.1	Acquisition des données et pilotage	84
4.6.2	Bilan de matière, système de double pesée	85
4.6.2.1	Adaptation du système de double pesée aux micro-ondes	86
4.6.3	Détermination de l'énergie réfléchie vers le générateur	86
4.6.4	Mesure de température	89
4.6.5	Balayage de la vapeur d'eau	90

TABLE DES MATIÈRES

4.6.6	Évolution du champ électrique dans le carter	90
4.6.7	Consommation d'énergie	91
4.6.8	Volume et planéité du gâteau	92
4.7	Adaptation aux produits textiles	92
4.7.1	Panier textile	93
5	Matériels, produits et méthodes	95
5.1	Différentes configurations du dispositif expérimental	96
5.1.1	Configuration de filtration et d'essorage	98
5.1.2	Configuration de séchage MO de gâteaux de filtration	98
5.1.3	Configuration d'essorage et déshydratation assistée par MO de bobines textile	99
5.2	Caractérisation des produits utilisés	100
5.2.1	Masse volumique	100
5.2.2	Répartition granulométrique	101
5.2.3	Vitesse de sédimentation	105
5.2.4	Étude expérimental du séchage convectif de gâteau de talc	109
5.3	Caractérisation des gâteaux en cellule de filtration	113
5.3.1	Porosité	114
5.3.2	Perméabilité	115
5.3.3	Détermination des paramètres de compressibilité des gâteaux de talc	116
5.4	Filtration centrifuge	118
5.4.1	Détermination de la porosité du gâteau	119
5.4.2	Détermination de R_m et k	120
5.4.2.1	Comparaison entre la perméabilité détermi- née en cellule de filtration et celle estimée en filtration centrifuge	123
5.4.3	Détermination des MES	124
5.5	Essorage centrifuge	125
5.5.1	Essorage des gâteaux de filtration	125
5.5.1.1	Détermination de p_b , λ et $S_{l\infty}$	126
5.5.2	Essorage des bobines textiles	128
5.5.3	Effet de la température sur l'essorage	130
5.6	Permittivité diélectrique des gâteaux de filtration en fonction de la teneur en eau	131
5.6.1	Validation du modèle de Wang et Schmugge	132

6	Étude du procédé d'essorage assisté par MO	135
6.1	Étude de l'échange convectif à la surface du gâteau et à la paroi externe du panier	136
6.2	Détermination du champ électrique dans le gâteau	142
6.3	Séchage micro-ondes	147
6.3.1	Séchage de gâteaux de filtration	149
6.3.1.1	Définition de l'essai de référence en configuration série et couplée	149
6.3.1.2	Influence du temps de séchage micro-ondes pour les essais de référence en configuration série et couplée	151
6.3.1.3	Influence de la vitesse de rotation	163
6.3.1.4	Influence de l'épaisseur du gâteau	169
6.3.1.5	Importance de la conception du dispositif	176
6.3.2	Séchage de bobines textiles	177
6.3.2.1	Définition de l'essai de référence pour les bobines textile, configuration série et couplée	178
6.3.2.2	Influence de temps d'application des MO dans les essais de référence	179
6.3.2.3	Influence de la vitesse de rotation	183
7	Conclusions, perspectives et extrapolation à l'échelle industrielle	187
A	Spath	191
A.1	Caractérisation du produit utilisé	191
A.1.1	Masse volumique	191
A.1.2	Répartition granulométrique	191
A.1.3	Décantation et sédimentation	192
A.2	Filtration frontale	192
A.2.1	Porosité	192
A.2.2	Perméabilité	193
A.2.3	Indice de compressibilité	193
A.2.4	Détermination des MES	193
A.3	Images du microscope	193
B	PVC	197
B.1	Caractérisation du produit utilisé	197
B.1.1	Masse volumique	197
B.1.2	Répartition granulométrique	197

TABLE DES MATIÈRES

B.1.3	Décantation et sédimentation	198
B.2	Filtration frontale	198
B.2.1	Porosité	198
B.2.2	Perméabilité	198
B.2.3	Indice de compressibilité	199
B.2.4	Détermination des MES	199
B.3	Images du microscope	199
C	Protocoles opératoires	203
C.1	Banc de filtration frontale	203
C.1.1	Domaine d'application	203
C.1.2	Mode opératoire de la filtration avec piston	204
C.1.2.1	Préparation de la cellule	204
C.1.2.2	Calibrage	204
C.1.2.3	Essai	205
C.1.2.4	Arrêt	206
C.1.3	Mode opératoire de la filtration sous air	207
C.1.3.1	Préparation de la cellule	207
C.1.3.2	Essai	207
C.1.3.3	Arrêt	208
C.2	Dispositif de décantation & sédimentation	209
C.2.1	Matériels utilisé	209
C.2.2	Mode opératoire	209
C.2.2.1	Mise en place du matériel	210
C.2.2.2	Essai	210
C.3	Dispositif d'analyse des MES	211
C.3.1	Matériels Utilisés	211
C.3.2	Mode opératoire	212
C.3.2.1	Préparation préalable des membranes de fil- tration AP40	212
C.3.2.2	La filtration	213
C.4	Procédé de filtration et d'essorage, dans la centrifugeuse	213
C.4.1	Matériels Utilises	213
C.4.2	Mode opératoire	214
C.4.3	Préparation	214
C.4.4	Déroulement de l'essai	215
C.5	Procédé de déshydratation assisté par MO des gâteaux de filtration, dans la centrifugeuse	216
C.5.1	Matériels Utilises	216
C.5.2	Mode opératoire	216

C.5.3	Préparation	216
C.5.4	Déroulement de l'essai	217
C.6	Procédé d'essorage et de déshydratation par MO des bobines textiles, dans la centrifugeuse	218
C.6.1	Matériels Utilises	218
C.6.2	Mode opératoire	218
C.6.3	Protocole de mouillage	218
C.6.4	Préparation	219
C.6.5	Déroulement de l'essai	219
D	Récapitulatif des essais	221
D.1	Les essais	221
E	Estimation d'erreur de la teneur en eau finale	235
E.1	Gâteaux de filtration	235
E.2	Bobines textiles	236
F	Adaptation du système de double pesée aux micro-ondes	239
G	Mesure de l'évolution du champ électrique dans le carter	241
H	Validation du modèle de Wang et Schmugge	243
	Bibliographie	245

Table des figures

2.1	Représentation selon Ruth des données de filtration	17
2.2	Profils de pression liquide et solide dans le gâteau	18
2.3	Influence de n sur la résistance spécifique en fonction de la pression appliqué	21
2.4	Représentation des différentes zones du modèle de Buscall et White	24
2.5	Filtration centrifuge dans uneessoreuse	24
2.6	Allure d'une courbe de pression capillaire de drainage	28
2.7	Allure des courbes de perméabilités relatives	28
2.8	Représentation de la distribution du volume liquide dans le modèle de film [NS58]	31
2.9	Les profils de saturation obtenus par le modèle de Léger et al. pour le drainage centrifuge	34
2.10	Schéma d'un milieu poreux partiellement saturé et volume élémentaire représentatif associé	35
2.11	Représentation schématique des différentes zones intervenant dans le modèle de Chen et Schmidt et flux d'eau associés, d'après [CS90]	38
2.12	Évolution du flux masse d'eau en fonction de la teneur en eau, source : [LHS72]	39
2.13	Différentes valeurs de permittivité complexe pour les différents états de l'eau, d'après [Has73]	44
2.14	Partie réelle de la permittivité complexe de l'eau en fonction de la fréquence, pour différentes températures, d'après 2.14	46
2.15	Partie imaginaire de la permittivité complexe de l'eau en fonc- tion de la fréquence, pour différentes températures, d'après 2.15	46

TABLE DES FIGURES

3.1	Représentation schématique de la démarche de détermination expérimentale de paramètre	50
4.1	Centrifugeuse semi-industrielle Robatel modèle 1984	58
4.2	Système de deux couvercles de la centrifugeuse dans la configuration antérieure	60
4.3	Système initial de fixation de la toile filtrante dans le panier .	61
4.4	Détails du système d'alimentation en suspension	64
4.5	Système de pulvérisation de la suspension	64
4.6	Schéma de la poche de filtration	65
4.7	Deux images de la géométrie utilisée pour la comparaison des simulations COMSOL et HFSS	67
4.8	Graphiques SWR pour COMSOL et HFSS	68
4.9	Comparaison des amplitudes du champ électrique calculées au moyen des codes COMSOL et HFSS dans le plan XZ	70
4.10	Comparaison des amplitudes du champ électrique calculées au moyen des codes COMSOL et HFSS dans le plan YZ	71
4.11	Écart moyenné du champ E entre les résultats de COMSOL et HFSS	72
4.12	Système d'accouplement et désaccouplement du magnétron avec la centrifugeuse	72
4.13	Dispositif qui permet l'ouverture du couvercle de la centrifugeuse	73
4.14	Coupe du plan du guide d'onde sans contact, avec les directions principales des ondes	74
4.15	Deux vues 3D du guide d'onde sans contact	75
4.16	Vue 3D de l'adaptateur d'impédance	75
4.17	Tuyaux métalliques qui assurent le piégeage des ondes	76
4.18	Représentation de la géométrie de la centrifugeuse pour le modèle d'écoulement	79
4.19	Débit d'air dans la machine : résultats de simulation et expérimentaux	80
4.20	Quelques lignes de courants de l'écoulement simulé dans la machine	81
4.21	Représentation simplifiée (hors rotation) de l'écoulement dans la machine	82
4.22	Système de déshumidification avec batterie chauffante	82
4.23	Système d'extraction localisé à la surface du gâteau	83
4.24	Pelle d'extraction en téflon	83
4.25	Système de double pesée	86
4.26	Capteur de distance ultrasons	87

TABLE DES FIGURES

4.27	Système de double pesée compatible avec les micro-ondes . . .	88
4.28	Antenne de mesure de la puissance réfléchie	88
4.29	Schéma d'implantation des différents capteurs de température utilisés	89
4.30	Implantation des antennes utilisées pour estimer l'amplitude du champ électrique dans la machine	91
4.31	Schéma du système de mesure de la position de la surface du gâteau	92
4.32	Panier d'essoreuse pour bobine textile	93
5.1	Photographie du dispositif expérimental	96
5.2	Schéma du dispositif expérimental et des éléments de mesure	97
5.3	Schéma du dispositif expérimental dans la configuration : fil- tration et essorage des gâteaux de filtration	98
5.4	Schéma du dispositif expérimental en configuration déshydra- tation assistée par MO	99
5.5	Schéma du dispositif adapté à la déshydratation de bobine textile	100
5.6	Analyse granulométrique, courbe de passant relative	103
5.7	Analyse granulométrique, courbe de passants cumulées	103
5.8	Photo de particules de talc au microscope électronique, échelle 200 μm	104
5.9	Photo de particules de talc au microscope électronique, échelle 50 μm	104
5.10	Photo de particules de talc au microscope électronique, échelle 10 μm	105
5.11	Schéma d'une colonne de décantation	106
5.12	Courbes de décantation de suspensions de talc pour différentes concentrations	107
5.13	Vitesse de décantation en fonction de la concentration à partir des 3 essais réalisés	108
5.14	Représentation en échelle log-log de la vitesse de décantation en fonction de la concentration	108
5.15	Dispositif de mesure de la masse du produit en cours de séchage	110
5.16	Porte échantillon pour les gâteaux de filtration	110
5.17	Cinétique de séchage pour des produits présentant ou non un caractère hygroscopique	111
5.18	Cinétiques de séchage du talc pour différentes conditions de séchage	112

TABLE DES FIGURES

5.19	Évolution des températures pour différentes hauteurs dans le gâteau en fonction de la teneur en eau	113
5.20	Courbe de filtration $t/V = f(V)$, concentration $0,10 \text{ kg/l}$ et pression 3 bar	117
5.21	Graphique des évolutions de α et ϵ_s en fonction la pression appliqué	117
5.22	Exemple de reconstruction de la surface du gâteau	119
5.23	Épaisseur cumulée du gâteau et de l'anneau liquide au cours du temps : comparaison entre simulation et valeurs expérimentales pour l'essai E1	121
5.24	Épaisseur cumulée du gâteau et de l'anneau liquide au cours du temps : comparaison entre simulation et valeurs expérimentales pour l'essai E6	122
5.25	Épaisseur cumulée du gâteau et de l'anneau liquide au cours du temps : comparaison entre simulation et valeurs expérimentales pour l'essai E17	122
5.26	Exemple de cinétique d'essorage : comparaison entre données expérimentales et simulation, essais à 3000 tr/min	127
5.27	Exemple de cinétique d'essorage : comparaison entre données expérimentales et simulation, essais à 4000 tr/min	127
5.28	Photo d'une bobine de Ruban Leacryl 3,3	128
5.29	Évolution de la teneur en eau des bobines textiles avec le temps d'essorage, essais à 1000 tr/min	129
5.30	Essorage de bobine textile à différentes vitesses et différentes températures	130
5.31	Parties réelles et imaginaire de la permittivité complexe d'un gâteau de talc en fonction de la teneur en eau : modèle de Schmugge et valeurs expérimentales	134
6.1	Schéma des flux thermique à la surface du gâteau	137
6.2	Profils du coefficient d'échange convectif h à la surface du gâteau en fonction de la vitesse de rotation pour différents débits d'air	138
6.3	Visualisation de l'écoulement à l'intérieur du panier à partir de quelques lignes de courant	139
6.4	Profils du coefficient d'échange convectif h à la surface du gâteau en fonction du débit d'air imposé pour différentes vitesses de rotation	140
6.5	Coefficient convectif h au niveau de la surface externe du panier en fonction de la vitesse de rotation	141

6.6	Profils du coefficient d'échange convectif h au niveau de la surface externe du panier pour différents débits de balayage .	142
6.7	Répartition du champ électrique dans le gâteau obtenue avec le logiciel de calcul COMSOL	143
6.8	Plans de coupe utilisés pour représenter le champ électrique dans le gâteau	144
6.9	Champ électrique dans le plan XZ du gâteau, X négatif . . .	145
6.10	Champ électrique dans le plan XZ du gâteau, X positif . . .	146
6.11	Exemple d'échauffement diélectrique dans un gâteau en rotation	147
6.12	Représentation des vitesses de rotation appliquées aux gâteaux de filtration pour les différentes étapes du procédé : essais série et couplé	148
6.13	Représentation des vitesses de rotation dans les essais série et couplé, pour les différentes étapes du procédé dans le cas des bobines textiles	148
6.14	Distribution théorique de la saturation dans le gâteau en fonction de la position dans le gâteau à la limite de l'essorage avec les données de l'essai E21 (annexe D)	151
6.15	Évolution de la teneur en eau pour les essais en configuration série et couplée à 4000 <i>tr/min</i>	153
6.16	Schéma des parties du gâteau : profonde et superficielle . . .	154
6.17	Évolution de la teneur en eau dans la partie profonde et superficielle pour les essais en série et couplé	154
6.18	Mouvement d'eau dans le gâteau pendant le début du séchage	156
6.19	Effet de rééquilibrage capillaire en cours d'essorage après arrêt de l'effet centrifuge	157
6.20	Évolution de l'écart de la teneur en eau entre la partie profonde et superficielle pour les essais en série et couplés	157
6.21	Évolution des températures des pyromètres dans les essais série (S4) et couplé (C5)	158
6.22	Évolution des températures des thermo-boutons dans les essais série (S4) et couplé (C5)	160
6.23	Bilan de masse d'eau entre l'air entrant et sortant du carter pour différents essais : S1, S4, C1, C4 et C5	160
6.24	Évolution de l'énergie spécifique consommée avec le temps de séchage dans les configuration série et couplée	162
6.25	Distribution de la saturation selon l'épaisseur du gâteau à l'équilibre capillaro-centrifuge (données de l'essai E11 annexe D)	164

TABLE DES FIGURES

6.26	Évolution de la teneur en eau pour les essais en série et couplé à 3000 et 4000 <i>tr/min</i>	166
6.27	Évolution de la teneur en eau des parties profonde et superficielle pour les essais en série et couplé à 3000 <i>tr/min</i>	167
6.28	Évolution de l'écart de teneur en eau entre les parties profonde et superficielle pour les essais série et couplé à 3000 <i>tr/min</i>	168
6.29	Évolution des énergies spécifiques consommées dans les essais série et couplé à 3000 <i>tr/min</i>	169
6.30	Évolution des températures de surface du gâteau pour les essais série à 3000 et 4000 <i>tr/min</i>	170
6.31	Évolution des températures internes au gâteau pour les essais série à 3000 et 4000 <i>tr/min</i>	170
6.32	Distribution théorique de la saturation dans le gâteau en fonction de la position radiale à la limite de l'essorage (données de l'essai E23 annexe D)	171
6.33	Évolution de la teneur en eau au cours du séchage pour les essais série et couplé avec gâteau de faible épaisseur : comparaison avec les essais de référence	173
6.34	Évolution de la teneur en eau dans la partie profonde et superficielle pour les essais en série et couplés avec un gâteau fin	174
6.35	Évolution de l'écart de la teneur en eau entre la partie profonde et superficielle du gâteau pour les essais série et couplé pour un gâteau de faible épaisseur	175
6.36	Évolution des énergies spécifiques consommées dans les essais série et couplé pour un gâteau de faible épaisseur	175
6.37	Représentation schématique des échanges convectifs au niveau des différentes surfaces du panier exposées au flux d'air	177
6.38	Représentation schématique de la distribution de l'eau dans la bobine textile et de la surface d'échange de chaleur et de masse	178
6.39	Évolution de la teneur en eau pour les essais de référence textile en série et couplé	180
6.40	Bilan de masse d'eau entre l'air entrant et sortant du carter pour les essais de référence textile	181
6.41	Évolution de la consommation spécifique pour les essais de référence textile	183
6.42	Évolution de la teneur en eau pour les essais textile à 2000 <i>tr/min</i> et 3000 <i>tr/min</i> en série et couplé	185

TABLE DES FIGURES

6.43	Évolution de la consommation spécifique pour les essais sur bobines textiles à 3000 <i>tr/min</i>	185
A.1	Photo et taille des particules de Spath avec microscope, échelle 200 μm	194
A.2	Photo de la particule de Spath avec microscope, échelle 40 μm	195
A.3	Photo de la particule de Spath avec microscope, échelle 2 μm	195
B.1	Photo et taille des particules de PVC avec microscope, échelle 200 μm	200
B.2	Photo et taille des particules de PVC avec microscope, échelle 40 μm	201
B.3	Photo et taille des particules de PVC avec microscope, échelle 2 μm	201
F.1	Système de double pesée compatible avec les micro-ondes . .	239
G.1	Schéma des antennes utilisées pour analyser l'évolution du champ	241
G.2	Système pour régler les antennes en hauteur	242
H.1	Mesures de validation pour le modèle de permittivité complexe des gâteaux de filtration de Spath	244
H.2	Mesures de validation pour le modèle de permittivité complexe des gâteaux de filtration de PVC	244

Liste des tableaux

1.1	Gammes de fréquences autorisées pour les applications ISM	4
2.1	Classement des gâteaux en fonction de leur compressibilité	21
3.1	liste des paramètres accessibles expérimentalement	50
5.1	Masse volumique obtenue avec un pycnomètre à gaz (talc)	101
5.2	Masse volumique apparente (talc)	102
5.3	Analyse granulométrique du talc sans US	102
5.4	Analyse granulométrique du talc avec US	102
5.5	Vitesse de décantation pour le talc et la concentration initiale	107
5.6	Équations de la vitesse de décantation pour le talc	109
5.7	Concentrations utilisées dans les essais en cellule de filtration	114
5.8	Porosité des gâteaux de talc pour différents concentrations et pressions de filtration	114
5.9	Résistance spécifique des gâteaux de talc (m/kg)	115
5.10	Perméabilité des gâteau de talc (m^2)	115
5.11	Paramètres de compressibilité pour le talc	118
5.12	Paramètres des essais et porosité des gâteaux utilisés pour déterminer k et R_m	120
5.13	Estimations de k et r_m des différents gâteaux formés	121
5.14	Comparaison des valeur de k obtenues par deux méthodes différentes	124
5.15	MES sur le filtrat de l'essoreuse	124
5.16	Paramètres d'essorage estimés à partir des données d'essorage	126
5.17	Teneur en eau moyenne des bobines à la limite de l'essorage et temps d'essorage associé, pour différents vitesses de rotation	129
5.18	Effet de la température sur la réduction de la teneur en eau d'équilibre d'essorage	131

LISTE DES TABLEAUX

5.19 Paramètres du modèle de Wang et Schmugge pour les gâteaux de talc	133
6.1 Différents paramètres des essais de séchage	149
6.2 Les paramètres opératoires et caractéristiques de l'essorage des essais de référence	150
6.3 Les paramètres opératoires du séchage pour les essais de référence en configuration série ou couplée	151
6.4 Masse d'eau extraite des gâteaux, mesurée par pesée sur échantillon de gâteau et par mesures sur air extrait	161
6.5 Quelques valeurs d'énergies spécifiques pour les essais de référence	163
6.6 Paramètres et caractéristiques de l'essorage des essais réalisés à 3000 <i>tr/min</i>	164
6.7 Les paramètres de séchage du groupe des essais à 3000 <i>tr/min</i>	165
6.8 Paramètres et caractéristiques de l'essorage des essais réalisés avec un gâteau de faible épaisseur	171
6.9 Paramètres opératoires utilisés pour le séchage de gâteaux de faible épaisseur	172
6.10 Jeu de paramètres opératoires utilisé pour les essais de séchage des bobines textiles	178
6.11 Paramètres opératoires et caractéristique d'essorage des essais de référence pour les bobines textiles	179
6.12 Paramètres de séchage des essais de référence pour les bobines textiles	179
6.13 Masse d'eau extraite des bobines, mesurée par pesée sur échantillon de gâteau et par mesures sur air extrait	182
6.14 Paramètres opératoires et caractéristiques d'essorage pour le séchage des bobines textiles à 3000 <i>t/min</i>	184
6.15 Les paramètres de séchage du groupe des essais de référence	184
A.1 Masse volumique du Spath	191
A.2 Analyse granulométrique du Spath sans US	192
A.3 Analyse granulométrique du Spath avec US	192
A.4 Vitesse de décantation pour le Spath	192
A.5 Porosité du gâteau de Spath pour différents concentrations et pressions	192
A.6 Perméabilité du gâteau de Spath (m^2)	193
A.7 Indice de compressibilité n pour le Spath (—)	193

LISTE DES TABLEAUX

A.8	Les MES ($g/kg_{filtrat}$) du Spath à différents concentrations et pressions	194
A.9	Les pertes (%) du Spath à différents concentrations et pressions	194
B.1	Masse volumique du Spath	197
B.2	Analyse granulométrique du PVC sans US	198
B.3	Analyse granulométrique du PVC avec US	198
B.4	Vitesse de décantation pour le PVC	198
B.5	Porosité du gâteau de PVC pour différents concentrations et pressions	199
B.6	Perméabilité du gâteau de PVC (m^2)	199
B.7	Indice de compressibilité n pour le PVC (–)	199
B.8	Les MES ($g/kg_{filtrat}$) du PVC à différents concentrations et pressions	200
B.9	Les pertes (%) du PVC à différents concentrations et pressions	200
D.1	Essais pour déterminer les paramètres de filtration et essorage, première partie	222
D.2	Essais pour déterminer les paramètres de filtration et essorage, deuxième partie	223
D.3	Essais d'essorage des gâteaux de filtration	224
D.4	Essais d'essorage des gâteaux de filtration, deuxième partie	225
D.5	Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différents températures, première partie	226
D.6	Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différents températures, deuxième partie	227
D.7	Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différents températures, troisième partie	228
D.8	Essais de séchage des gâteaux de filtration, première partie	229
D.9	Essais de séchage des gâteaux de filtration, deuxième partie	230
D.10	Essais de séchage des gâteaux de filtration, troisième partie	231
D.11	Essais de séchage des gâteaux de filtration, quatrième partie	232
D.12	Essais de séchage des bobines textiles	233
E.1	Estimation d'erreur de la teneur en eau finale du gâteau pour les essais d'essorage	236
E.2	Estimation d'erreur de la teneur en eau finale du gâteau pour les essais d'essorage assisté thermiquement	236
E.3	Estimation d'erreur de la teneur en eau finale de la bobine pour les essais d'essorage	236

LISTE DES TABLEAUX

E.4	Estimation d'erreur de la teneur en eau final de la bobine pour les essais d'essorage assistés thermiquement	237
H.1	Paramètres du modèle de Wang et Schmugge pour les différents gâteaux	243

Nomenclature

Lettres latines :

A	(m^2)	Surface de filtration
c_p	(J/kgK)	Capacité thermique massique à pression constante
C	(kg/l)	Concentration de la suspension
C_0	$(-)$	Concentration volumique en solide dans la suspension au niveau de l'alimentation
d_c	(m)	Diamètre du capillaire
e_m	(m)	Épaisseur du média filtrant
E	(V/m)	Magnitude du champ électrique
\vec{E}	(V/m)	Vecteur du champ électrique
f	(Hz)	Fréquence du champ électromagnétique
f_m	$(-)$	Fraction massique de la suspension
f_{vs}	$(-)$	Fraction volumique de la suspension
g	(m/s^2)	Accélération gravitaire
G	$(-)$	Nombre de accélération g appliqués
h	(W/m^2K^1)	Coefficient de transfert de chaleur convectif
h_m	(m/s)	Coefficient de transfert de chaleur convectif
H	(m)	Hauteur du panier
l_a	(m)	Hauteur de colonne d'eau ajouté en sortie du panier
p_a	(Pa)	Indice de compressibilité
p_{app}	(Pa)	Pression appliqué sur le milieu saturé
p_b	(Pa)	Pression d'entrée
p_c	(Pa)	Pression capillaire
p_l	(Pa)	Pression liquide

NOMENCLATURE

p_{lm}	(Pa)	Pression au sein du milieu poreux au niveau du média filtrant
p_m	(Pa)	Pression au média filtrant
p_s	(Pa)	Pression solide
P_{appli}	(W)	Puissance appliqué micro-ondes
P_i	(W)	Puissance incidente micro-ondes
P_r	(W)	Puissance réfléchie micro-ondes
q_0	(m ³ /s)	Débit volumique de l'alimentation
q_{ini}	(m ³ /s)	Débit volumique au début de l'essorage
q_l	(m ³ /s)	Débit volumique du filtrat
q_{Lm}	(m ³ /s)	Débit du liquide à l'interface gâteau/média filtrant
Q_l	(m ³ /sm)	Débit liquide volumique par unité de hauteur
Q_s	(m ³ /sm)	Débit solide volumique par unité de hauteur
r	(m)	Rayon en coordonnées cylindriques
r_{cap}	(m)	Rayon du pied capillaire
r_f	(m)	Rayon du front du saturation à l'intérieur du gâteau
r_g	(m)	Rayon du gâteau
r_l	(m)	Rayon de la surface de l'anneau liquide
$r_{l_{ini}}$	(m)	Rayon liquide initial
r_0	(m)	Rayon du panier
$r_0 - r_{cap}$	(m)	Hauteur capillaire
R_g	(1/m)	Résistance du gâteau
R_m	(1/m)	Résistance du média filtrant
k	(m ²)	Perméabilité du milieu poreux
k	(-)	Coefficient de dissipation d'énergie micro-ondes de Wang et al.
k_m	(m ²)	Perméabilité du média filtrant
k_{rg}	(-)	Perméabilité relative au gaz
k_{rl}	(-)	Perméabilité relative au liquide
k_0	(-)	Indice de compressibilité
$\bar{\bar{k}}$	(m ²)	Tenseur de perméabilité du milieu poreux
n	(-)	Indice de compressibilité
\vec{n}	(-)	Normale à une surface
s_0	(m ²)	Surface spécifique du milieu poreux
$\bar{S}_l(t)$	(-)	Saturation liquide moyenne au cours du temps
S_l	(-)	Saturation liquide

$< S_l >_{eq}$	(-)	Saturation moyenne d'équilibre
$S_{l\infty}$	(-)	Saturation liquide irréductible
S_{rl}	(-)	Saturation liquide réduite
T	(K ou $^{\circ}C$)	Température
T_s	(K)	Température à la surface
T_{∞}	(K)	Température loin de la paroi
V	(m^3)	Volume du filtrat recueilli
V_{pore}	(m^3)	Volume du pore de l'échantillon
V_{poudre}	(m^3)	Volume du poudre de l'échantillon
V_{total}	(m^3)	Volume du l'échantillon
V_1	(m^3)	Volume de la région humide
V_2	(m^3)	Volume de la région sèche
W	(%)	Teneur en eau basse sèche
W_c	(%)	Teneur en eau volumique, volume d'eau divisé par volume total

Lettres grecques :

α	(m/kg)	Résistance spécifique du gâteau
$< \alpha >$	(m/kg)	Résistance spécifique moyenne du gâteau
α_0	(m/kg)	Indice de compressibilité
β	(-)	Indice de compressibilité
γ	(N/m)	Tension superficielle du liquide
δ	(-)	Indice de compressibilité
Δp	(Pa)	Différence de pression entre la surface du gâteau et le média filtrant
Δp_m	(Pa)	Perte de charge aux bornes du média filtrant
ϵ	(-)	Porosité
ϵ_s	(-)	Porosité solide
ϵ_0	(-)	Indice de compressibilité
ϵ_0	(A/kgm^3s^4)	Permittivité du vide
ϵ'	(-)	Partie réelle de la permittivité
ϵ''	(-)	Partie Imaginaire de la permittivité
θ	(rad)	Angle de contact ou de mouillage
λ	(-)	Indice de distribution de tailles de pores
λ	(W/mK)	Conductivité thermique

NOMENCLATURE

μ_l	$(kg/(ms))$	Viscosité dynamique du fluide
ν_g	(m/s)	Vitesse de sédimentation gravitaire des particules
ν_l	(m/s)	Vitesse de filtration du liquide
ν_p	(m/s)	Vitesse de sédimentation d'une particule
ν_{sed}	(m/s)	Vitesse de sédimentation
$\vec{\nu}_l$	(m/s)	Vecteur vitesse de filtration
ν_p	(m/s)	Vitesse des particules solides
ϕ	$(-)$	Fraction volumique en solide
ϕ_g	$(-)$	Le pont de gel dans le modèle de Buscall et White
Φ	(Pa)	Potentiel volumique des forces de volume agissant sur le liquide
Φ	(W/m^3)	Densité de puissance radiant
ρ_l	(kg/m^3)	Masse volumique du liquide
ρ_s	(kg/m^3)	Masse volumique du solide
ρ_{sus}	(kg/m^3)	Masse volumique de la suspension
ω	(rad/s)	Vitesse de rotation
ω_c	(kg/m^3)	Masse de gâteau sec par unité de volume de filtrat

Chapitre 1

Contexte industriel et présentation de l'étude

Dans de nombreux procédés industriels apparaît une étape de séparation liquide/solide qui est très souvent effectuée en combinant en série une séparation mécanique et une séparation thermique (séchage). L'intérêt de la séparation mécanique est qu'elle permet d'éliminer une bonne partie du liquide à faible coût énergétique. Dans de nombreux cas, la séquence déshydratation mécanique/séchage en série pose problème : manutention lourde des matières dans l'industrie textile, transfert des solides induisant des pertes, des risques de contamination du produit ou d'une exposition du personnel dans l'industrie chimique/pharmaceutique. D'autre part, une association parallèle déshydratation mécanique/séchage permet de mettre en œuvre l'énergie thermique de façon à assister l'opération mécanique dans le but d'améliorer :

- la productivité de la séparation,
- la qualité du produit final (humidité résiduelle et consistance physique),
- le rendement énergétique global de l'opération "déshydratation mécanique + séchage".

Parmi les techniques de séparation mécanique, l'essorage centrifuge est largement répandu dans différents secteurs industriels et les conditions de séparation dans l'essoreuse se prêtent à un séchage en parallèle. L'apport d'énergie thermique peut être envisagé de différentes manières. La technologie de chauffage diélectrique apparaît comme la plus adaptée pour le séchage de gâteaux épais (plusieurs centimètres à dizaine de centimètres) pour les raisons suivantes :

- possibilité de séchage à cœur et pas d'effet de croûtage,

1. CONTEXTE INDUSTRIEL

- homogénéité des températures dans le produit,
- absence d'inertie,
- cinétiques de séchage plus rapides,
- technologie adaptée à la configuration de l'essoreuse.

On peut noter néanmoins que l'efficacité de cette technologie dépend des propriétés diélectriques du produit et ne s'applique pas à tous les cas.

1.1 Description des technologies utilisées

Les technologies de séparation mécanique (essorage) et thermique (chauffage diélectrique) qui seront mises en œuvre dans ce travail sont présentées dans les paragraphes suivants.

1.1.1 L'essoreuse centrifuge

L'essoreuse discontinue est un équipement de séparation liquide/solide permettant de réaliser les fonctions d'extraction, lavage, déshydratation sur des suspensions chargées dont on veut en général valoriser les solides à haute valeur ajoutée. La puissance consommée des machines, de quelques kW à quelques centaines de kW , sert à la mise en rotation et au freinage du panier entre les diverses opérations (chargement, filtration, essorage, déchargement). Une machine en fonctionnement consomme approximativement 1/3 de sa puissance nominale.

Le principe est le suivant : lors de l'alimentation, les particules solides en suspension se déposent à la surface du média filtrant formant une couche poreuse appelée gâteau de filtration. La force centrifuge permet de forcer le liquide à travers la toile filtrante et d'expulser le filtrat hors du gâteau. Dans le cas d'un gâteau compressible, une augmentation des contraintes sur le gâteau provoque une augmentation de sa résistance spécifique qui devient un paramètre limitant de la filtration et donc de la productivité de la machine. La filtration centrifuge exige que les particules déposées, formant un gâteau plus ou moins épais contre la paroi du panier, conservent, dans les conditions de pression développées par la machine, une perméabilité suffisante.

Le gâteau une fois formé peut subir un lavage afin de minimiser sa teneur en impuretés, puis un essorage. L'écoulement du liquide dans le gâteau lors de la phase d'essorage est, par opposition à ce qui se passe pendant les autres phases, un écoulement biphasique puisque le liquide expulsé est remplacé par de l'air. La présence de cet air ajoute aux forces de viscosité des forces de type capillaire qui s'opposent à l'écoulement du liquide interstitiel. La pression capillaire qui apparaît dépend de la distribution de la taille des

pores et des interactions physicochimiques (liquide, solide et gaz) dans le milieu poreux.

Une fois l'essorage terminé, la machine est freinée. Les solides sont ensuite raclés et évacués soit automatiquement par un couteau, soit manuellement (la machine devant être arrêtée).

Les plus grosses machines ont un diamètre de 1500 *mm* et permettent de construire des gâteaux jusqu'à 150 *mm* d'épaisseur, ce qui correspond par exemple à la récupération de 100 *kg* de matière essorée. L'ordre de grandeur des consommations spécifiques desessoreuses est entre 5 *kWh*/ $m^3_{eau\ extrait}$ et 50 *kWh*/ $m^3_{eau\ extrait}$ [Ade06].

Les gâteaux sont ensuite généralement transférés dans un séchoir pour diminuer son humidité résiduelle.

Dans l'industrie textile, l'élimination de l'eau contenue dans les matières textiles est une étape indispensable lors de l'ennoblissement. Celle-ci est réalisée à la suite de traitements de blanchiment, de teinture, de lavage et prélavage, s'effectuant en milieu aqueux. L'élimination de l'eau est réalisée mécaniquement et thermiquement. La déshydratation mécanique peut être réalisée par exprimage ou par centrifugation.

Le choix de la technique à utiliser va dépendre de la forme sous laquelle se présente le textile à déshydrater. En général, on utilisera la technique par centrifugation pour les bobines de fils, les fibres en bourres ou les écheveaux et on utilisera la technique par exprimage pour les fibres en bourres et les étoffes.

En général, dans l'industrie textile uneessoreuse discontinue permet de réduire partiellement la teneur en eau des matières, puis un four Haute Fréquence restaure la teneur en eau initiale des matières textiles avant traitements en milieu aqueux.

1.1.2 Chauffage diélectrique

Les micro-ondes et les hautes fréquences sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde intermédiaire entre l'infrarouge et les ondes de radiodiffusion. Elles correspondent à la propagation simultanée dans l'espace d'un champ électrique et d'un champ magnétique. Les micro-ondes ont des longueurs d'onde centimétriques ou décimétriques, qui sont du même ordre de grandeur que les dimensions des objets à chauffer ou à sécher alors que les ondes infrarouges ont une profondeur de pénétration très faible induisant un mode de chauffage surfacique où la conductivité thermique va toujours jouer un rôle important.

1. CONTEXTE INDUSTRIEL

Les fréquences autorisées dans l'industrie sont répertoriées dans le Tableau 1.1.

Fréquence (MHz)	Restriction	Types
6,78	À l'étude	HF
13,56	Sans restriction (1)	HF
27,12	Sans restriction (1)	HF
40,68	Sans restriction (1)	HF
433,92	À l'étude	MO
915	Soumise à autorisation en France	MO
2 450	Sans restriction (1)	MO
5 800	Très peu utilisée pour les applications ISM	MO

Tableau 1.1 – Gammes de fréquences autorisées pour les applications ISM, (1) dans le respect de la norme IEEE C 95-1-1991

Le champ électrique alternatif généré agit principalement :

- sur les charges électriques conductrices (électrons, ions) qui produisent un effet de frottement par charges (effet Joule)
- sur les molécules dites « polaires » qui s'orientent dans le champ électrique et produisent un effet de frottement dipolaire (dissipation par relaxation).

L'énergie électrique absorbée par le matériau provoque ainsi un échauffement interne qui dépend de la nature des matériaux et des propriétés diélectriques, de la fréquence des ondes d'excitation et de la température.

En général, une installation micro-ondes ou hautes fréquences est constituée de :

- un générateur (magnétron ou auto-oscillateur) produisant des ondes électromagnétiques à partir du courant électrique,
- un système de mesure de puissances incidentes et réfléchies,
- un dispositif de canalisation des guides d'ondes pour transférer les ondes (seulement dans le cas des micro-ondes),
- un équipement d'adaptation en impédance,
- l'applicateur conçu de manière à ce que le maximum des ondes électromagnétiques soient absorbées par le produit.

1.1.2.1 Micro-ondes

La longueur d'onde en micro-ondes est bien inférieure aux dimensions des équipements de l'installation. Toute la technologie utilisée repose donc

sur la propagation des ondes électromagnétiques.

Les générateurs de puissance utilisés dans les applications industrielles sont de types magnétron ou klystron. Les magnétrons ont généralement des puissances comprises entre $0,2\text{ kW}$ et 6 kW à $2,45\text{ GHz}$ avec des rendements de l'ordre de 50 % à 60 % et des puissances jusqu'à 25 kW à 915 MHz avec des rendements de l'ordre de 55 % à 65 %. La durée de vie des magnétrons est comprise entre 3000 et 6000 h [RRO03].

Le principal intérêt des klystrons par rapport aux magnétrons est la puissance élevée et la durée de vie. Par exemple, un klystron à cinq cavités, fonctionnant sous une tension de $2,5\text{ kV}$, génère une puissance de 50 kW à $2,45\text{ GHz}$ avec un rendement de 60 % et une durée de vie de 15000 h [RRO03].

La transmission des micro-ondes se fait par lignes coaxiales ou par des guides d'ondes. Ce dernier est le mode préférentiel du transport d'énergie car il présente une perte en ligne plus faible.

Dans l'industrie existe de nombreux types d'applicateurs micro-ondes [RRO03] :

- applicateurs multimode de type tunnel,
- applicateur multimode de type enceinte close, équipé d'un système de "brassage d'onde" où le déplacement de charges à traiter (panier tournant dans notre cas) permet d'homogénéiser le traitement,
- applicateurs résonants monomode.

Les installations micro-ondes n'ont pas été conçues pour être adaptés en impédance. Néanmoins, un adaptateur d'impédance permet de réduire la puissance réfléchie quand celle-ci est trop élevée. On peut citer un adaptateur à stub plongeant comme exemple de système [RRO03].

Si les micro-ondes ont connu un incontestable succès dans le domaine grand public, leur pénétration dans le monde industriel a été plus difficile car elle nécessite une bonne connaissance des phénomènes électromagnétiques et une bonne maîtrise de la technologie des micro-ondes.

1.1.2.2 Hautes fréquences

Dans les hautes fréquences les ondes sont supérieures aux dimensions des équipement de l'installation. Pour cette raison toute la technologie repose sur l'application d'un champ électromagnétique entre deux électrodes, sans propagation des ondes.

Les installations hautes fréquences industrielles comprennent en général un générateur, des lignes de transmission, un applicateur et une boîte d'adaptation.

1. CONTEXTE INDUSTRIEL

Les générateurs hautes fréquences de puissance sont souvent conçus à partir du principe d'un circuit oscillant. Actuellement les générateurs amplificateurs d'impédance de sortie fixée à une valeur de 50Ω sont les plus utilisés [RRO03].

Les lignes de transmissions dans les hautes fréquences sont de types coaxial, où le câble coaxial est composé de deux conducteurs concentriques séparés par un diélectrique.

Dans l'industrie existe de nombreux types d'applicateurs hautes fréquences [RRO03] :

- le condensateur (type capacitif) est la structure de base la plus utilisée pour transférer l'énergie au produit à traiter. La structure de couplage d'énergie au matériau peut se faire de plusieurs manières entre deux électrodes,
- les presses se présentent essentiellement sous la forme de deux plateaux plans constituant les électrodes et mus par des vérins pneumatiques,
- les fours tunnel, avec des structures de couplage de type capacitive (barreaux alternés).

Les installations hautes fréquences ont une système d'adaptation en impédance, qui peut être par exemple une ligne bifilaire, une boîte d'adaptation ou un système d'adaptation automatique en impédance. Les explications sur les fonctionnements de ces systèmes sont donnés dans l'article de Roussy, Rochas et Oberlin [RRO03].

1.2 Intérêt du procédé couplant essorage et chauffage diélectrique

Dans cette section dans un premier temps le chauffage diélectrique a été comparé au chauffage convectif et, dans un deuxième temps, l'intérêt du couplage a été analysé.

1.2.1 Comparaison entre chauffage diélectrique et convectif

L'opération de séchage consiste à fournir de l'énergie nécessaire au changement de phase du liquide et à assurer l'évacuation de la vapeur produite.

Lors d'un séchage convectif (léchage ou traversant) l'air chaud sert à la fois à amener de l'énergie au matériau et à évacuer la vapeur produite. Le potentiel de séchage est lié à la différence de température entre l'air et le matériau à sécher, au débit de circulation de l'air (coefficient d'échange thermique) ainsi qu'au taux d'humidité qu'il contient. Au cours de son trajet

dans le séchoir, l'air se refroidit et se charge en humidité. En règle générale, afin d'assurer un potentiel de séchage suffisant, le taux de renouvellement de l'air doit être assez important, principalement pour éviter la saturation de cet air en humidité. Il en résulte alors un gaspillage d'énergie puisque l'air préalablement chauffé est rejeté. Le recyclage de l'air impliquerait une installation de déshumidification de l'air énergivore et rendrait plus complexe la boucle de séchage convectif.

Au cours d'un séchage par chauffage diélectrique, l'apport d'énergie et l'évacuation de la vapeur générée sont découplés. L'apport de chauffage diélectrique sert à fournir de l'énergie au cœur du matériau favorisant ainsi l'évaporation de l'eau. L'évacuation des vapeurs générées peut alors être réalisée soit par circulation d'un air non chauffé, soit par aspiration (vide micro-ondes), soit par condensation de la vapeur et extraction de l'eau en forme liquide.

D'autre part, le séchage diélectrique apporte l'essentiel de la chaleur au fluide à évacuer ce qui évite d'avoir à chauffer la matrice solide et l'enceinte du séchoir. Dans le cas du séchage traditionnel, la déshydratation qui se produit en surface conduit souvent à un phénomène de croûtage qui ralentit considérablement les transferts de chaleur et de matière dans le produit et pénalise l'opération. Ce phénomène ne se produit pas avec le séchage micro-ondes puisque la vapeur est produite à cœur et évacuée en surface.

Les pertes les plus importantes résident dans la non-adaptation (du fait de l'évolution du produit au cours du séchage) entre l'énergie fournie et la capacité d'absorption de la charge à sécher. Une recherche d'optimisation du rendement énergétique d'un système de séchage diélectrique passe en particulier par la mise en place d'un système adapté en impédance pour minimiser les pertes.

A titre d'illustration, Petrecca [Pet93] donne un comparatif complet entre un séchage traditionnel et un séchage diélectrique à partir d'un cas issu de l'industrie textile. Il retient comme hypothèse de base pour le séchage diélectrique un rendement du magnétron de 70 % (qui est une valeur communément admise par les équipementiers de systèmes diélectriques dans l'industrie) et suppose que la totalité de la puissance rayonnée est transmise au produit à sécher (la valeur communément admise par les équipementiers de systèmes diélectriques dans l'industrie est de 95 %). L'énergie spécifique consommée par le séchoir diélectrique est de $1,22 \text{ kWh/kg}$ soit environ 4400 kJ par kilogramme d'eau éliminée. Le séchoir traditionnel envisagé utilise de l'air chaud produit par un échangeur vapeur/air et consomme 6500 kJ par kilogramme d'eau éliminée. En considérant les énergies spécifiques consommées par les deux procédés, il constate dans ce cas que le

1. CONTEXTE INDUSTRIEL

séchage diélectrique est, dans le cas envisagé, environ 1,5 fois moins énergivore que le séchage traditionnel.

L'étude menée par Biotex et financée par l'Ademe [Bio06] a montré un gain financier annuel de 20% suite à l'installation d'un séchoir hautes fréquences en remplacement d'un séchoir tunnel au gaz naturel pour le séchage d'oreillers, lié aux économies d'énergie réalisées et une productivité accrue d'un facteur 2.

De nombreux travaux ont été consacrés au séchage diélectrique sur des matériaux et des installations très variées et, même s'il n'est pas toujours facile de mettre en lumière des comportements généraux, on accorde à cette technologie les autres avantages suivants :

- accélération nette des cinétiques de séchage, (jusqu'à un facteur 3 à 5)
- apport volumique interne de chaleur et non surfacique
- transfert direct de l'énergie au cœur du produit sans passer par un fluide de transfert
- souplesse de régulation grâce à l'absence d'inertie thermique et une gamme de puissance large
- homogénéité de température dans le produit

1.2.2 Intérêt du couplage

L'association en série d'une déshydratation mécanique et d'un séchage thermique permet d'obtenir une faible teneur en eau finale du produit. Néanmoins, la quantité d'énergie fournie lors du séchage thermique est considérable (facteur 100 à 1000) comparée à l'énergie nécessaire pour extraire l'eau d'un gâteau par essorage. Dans cette association série, il est donc nécessaire de pousser au maximum l'extraction de solvant pendant l'opération de déshydratation mécanique afin de réduire les coûts du séchage [Bon98].

De plus, cette association nécessite la mise en place dans la chaîne de traitement de plusieurs appareils volumineux. Enfin, les gâteaux déshydratés mécaniquement sont convoyés à travers un réseau de pompes et canalisations vers l'unité de séchage thermique, ce qui, pour certains produits délicats (produits pharmaceutiques) peut compromettre leur qualité finale ou poser des problèmes d'exploitation pour des produits de rhéologie complexe.

Les équipementiers ont donc cherché à sécher le produit dans la même machine qui a opéré la déshydratation mécanique. La technologie de séparation la plus connue combinant la déshydratation mécanique et le séchage thermique est le filtre lisseur-sécheur. Le séchage a lieu en fin de déshydratation par convection (soufflage à l'azote à travers le gâteau) et conduction (chauffage de la double enveloppe sur toute la hauteur du gâteau et au ni-

veau du fond chauffant) et l'évaporation du liquide est favorisée par la mise en rotation de l'agitateur brassant le gâteau.

Les performances sont souvent limitées à des humidités résiduelles de 20 – 25% et il est souvent nécessaire de transférer le gâteau dans un séchoir pour arriver à des humidités résiduelles jusqu'à 1%. Dans une essoreuse, certaines machines peuvent opérer un séchage convectif par gaz chaud. Mais cette application n'a connu qu'un faible essor, en raison de nombreuses contraintes : nécessité de travailler en couche mince, productivité très basse, déchargement du gâteau difficile.

L'intensification de la déshydratation d'un gâteau d'essorage peut être envisagée en adaptant un système de chauffage diélectrique à l'essoreuse.

Compte tenu du coût de cette technologie, il est plus judicieux de déshydrater mécaniquement jusqu'à un fort ralentissement de la déshydratation mécanique. Il faut donc trouver le compromis pour démarrer le chauffage micro-ondes au moment opportun, et éventuellement utiliser la rotation du système pour favoriser l'évacuation du liquide. Selon l'évolution du système et son état de saturation, c'est l'essorage qui est assisté thermiquement ou bien c'est le séchage qui est assisté mécaniquement. Il s'agit d'optimiser l'apport énergétique hybride (mécanique/thermique) de façon à concourir à une déshydratation la plus efficace possible et la plus favorable d'un point de vue coût énergétique. On s'attend à ce que la combinaison optimisée de ces 2 opérations soit plus efficace énergétiquement que les 2 opérations séparées.

L'optimisation du cycle en améliorant les paramètres opératoires, l'épaisseur du gâteau, la puissance rayonnée, la vitesse de rotation permet d'envisager de réduire de façon importante la durée de l'opération essorage / séchage et de diminuer significativement la consommation d'énergie pour déshydrater le système.

1.3 Les marchés visés

Historiquement, les essoreuses sont utilisées dans l'industrie nucléaire, chimique et pharmaceutique, c'est d'ailleurs dans ce dernier domaine que l'équipementier français Rousselet-Robatel (spécialiste mondial de la séparation solide-liquide et de l'extraction liquide-liquide) fait encore son plus gros chiffre d'affaire.

Les secteurs d'application où existent des voies réelles d'économie d'énergie sur les procédés d'essorage combinés à un séchage sont essentiellement :

- **la chimie de base** par l'amélioration des opérations en service. Les sites sont nombreux et forts consommateurs d'énergie.

1. CONTEXTE INDUSTRIEL

- **la chimie fine et la pharmacie** caractérisées par une diversité de productions séparées de faibles voire de très faibles quantités dans des machines très polyvalentes. Ce secteur renferme un gisement d'économie d'énergie accessible par de nombreuses voies (amélioration, substitution de techniques) grâce à l'optimisation des moyens existants et au couplage des procédés.

Cette industrie est demandeuse de technologies innovantes et le chauffage diélectrique a percé dans ce secteur comme procédé avancé. Elle est intéressée par le couplage essorage/chauffage diélectrique pour les produits complexes, difficiles à filtrer et sensibles à un temps de séchage trop long ou à des opérations de transfert trop complexes.

D'autres secteurs d'activité utilisent lesessoreuses et le chauffage diélectrique comme **l'industrie textile**, après teinture, blanchiment, carbonisage, lavage, lesessoreuses à axe vertical à déchargement par filet ou manuel sont utilisées pour l'extraction maximale du liquide afin de faciliter les opérations de séchage. Des fours hautes fréquences permettent d'abaisser la teneur en eau finale du produit avant les opérations de filature. Le diamètre des paniers non amovibles ou amovibles et interchangeableables peut varier de 20 cm à 2 mètres. Toutes les matières textiles sont concernées (fibres, pièces, bobines, tissus ...) ainsi que les produits des industries du cuir, du papier et de la blanchisserie.

Enfin, d'autres industries pourraient être concernées comme **l'industrie mécanique** (copeaux ou des pièces usinées souillés par des huiles ou des émulsions, les pièces après traitement de surface, galvanisation, étamage, vernissage, les boues de rectification), **l'industrie agroalimentaire**, **le nucléaire** (séchage de précipités dans le cycle du combustible), **les biotechnologies** (extraction de produits d'intérêt des cellules végétales) et **l'environnement** (réduction du volume des boues de station d'épuration). En fonction du taux d'extraction recherché, de la fragilité et la sensibilité des produits concernés, ou des volumes à traiter, des machines ont été spécifiquement conçues pour ces applications afin de répondre aux contraintes de productivité, de respect de la qualité du produit et de facilité de nettoyage intégral du matériel utilisé.

Les discussions menées avec les partenaires industriels, qui participent au comité de pilotage industriel du projet DATCEMO (dont la thèse fait partie intégrante), nous ont permis de recenser les besoins des industries et les possibles utilisations du procédé d'essorage couplé à un apport thermique par micro-ondes.

Ainsi, le comité de pilotage industriel du projet réunit, en plus du coordinateur (l'IFTS), le laboratoire encadrant la thèse (TREFLE), les financeurs

du projet (ADEME/TOTAL), un fabricant d'essoreuses (ROUSSELET ROBATEL), un organisme spécialisé en micro-ondes (CETIAT), trois industriels utilisateurs représentant trois secteurs d'applications différents :

la chimie de base ou de spécialités :

L'intérêt d'ARKEMA sur le procédé couplé est surtout de réduire la consommation énergétique sur les produits de la chimie de base pour diminuer les prix de fabrication. L'intérêt se porte également sur des technologies innovantes permettant de trouver de nouveaux débouchés pour des produits.

La chimie fine et la pharmacie :

Le principal intérêt de SANOFI-AVENTIS pour le projet est la mise en œuvre du procédé d'essorage et séchage dans le même dispositif. L'utilisation d'un seul dispositif amène la réduction de :

- risques pour les opérateurs si le produit est toxique, supprimant l'étape de transferts entre l'essoreuse et les sècheurs,
- pertes de produit liées aux transferts entre dispositifs, facteur important dans le cas de produits à forte valeur ajoutée,
- temps et produits de nettoyage, opérations coûteuses dans l'industrie pharmaceutique (consommables, élimination ou traitement des fluides de nettoyage qui peuvent être énergivore, ...)

L'industrie textile :

Le principal intérêt de BERGERE DE FRANCE est la productivité. Actuellement l'usine de Bar le Duc dispose de deux essoreuses et d'un four hautes fréquences en série, où les temps du procédé sont longs et où le transfert de produit entre les deux procédés demande un opérateur à plein temps. Un procédé couplé sera intéressant pour deux raisons : amélioration de la cinétique de séchage dans le procédé couplé et suppression du transfert de produit entre les deux procédés.

1.4 Perspectives du couplage essorage & chauffage diélectrique

Le couplage de l'essorage et du séchage thermique dans une même machine devrait réduire l'énergie et le temps nécessaire à l'obtention d'une hu-

1. CONTEXTE INDUSTRIEL

midité résiduelle cible pour un produit donné. Une réduction significative du temps nécessaire à l'opération essorage/séchage ainsi qu'une diminution substantielle de l'énergie consommée par un apport judicieux de l'énergie thermique au cours de l'opération sont donc envisageables.

La productivité des ateliers y gagnera sensiblement. Toute réduction de la durée des cycles imposés par l'obtention d'un produit fini se traduira par un accroissement du nombre de produits séparés par unité de temps et donc de la compétitivité des ateliers concernés. Même si l'évaluation du gain sur l'efficacité énergétique attendu reste à quantifier, il est indéniable que les gains sur les temps de séchage et de transfert contribueront à rendre le procédé efficace économiquement.

D'autre part, l'optimisation des opérations de concentration/séchage permettra de réduire les pertes en solides et de limiter les fluides de nettoyage de la machine, ce qui aura un impact positif sur les coûts de traitement des déchets en centre spécialisé ou de l'énergie nécessaire à leur recyclage. On s'affranchit ainsi de l'utilisation de solvants nocifs pour la santé et l'environnement.

Lorsque les produits traités présentent des risques, soit de sécurité, soit sanitaire, la réduction de la durée globale des opérations successives va réduire l'exposition des opérateurs.

1.5 Présentation de l'étude

L'objectif du projet est d'analyser l'intérêt et la viabilité d'un nouveau procédé hybride de déshydratation par essorage et micro-ondes. Pour atteindre cet objectif, un prototype à l'échelle semi-industrielle a été conçu pour démontrer l'intérêt énergétique d'une telle technique.

Le travail se décompose en :

- une recherche bibliographique pour comprendre les différents enjeux physiques et scientifiques,
- le développement de différentes méthodes permettant la détermination expérimentale des paramètres caractéristiques de la filtration et de l'essorage directement à partir d'un essai sur le pilote,
- le développement et l'instrumentation complète d'un pilote combinant essorage et chauffage micro-ondes et incluant le suivi des paramètres relevant de la déshydratation et du séchage micro-ondes,
- la caractérisation des différents produits utilisés du point de vue de la filtration et de l'essorage mais aussi du point de vue du chauffage diélectrique par l'évaluation de leur permittivité complexe en fonction de

leur teneur en eau et de leur température. La modélisation du procédé a été initiée pour les produits sous forme de suspension. La formation, l'essorage et le chauffage diélectrique du gâteau ont ainsi été décrits à partir du calcul du champ électromagnétique en tout point de la machine. Les mécanismes de transfert de chaleur et de masse ont aussi été étudiés au travers de la simulation des écoulements d'air utilisés pour l'extraction de la vapeur,

- l'analyse des résultats pour mettre en évidence une éventuelle synergie entre les phénomènes de séchage induits par un chauffage diélectrique et les effets centrifuges liés à la rotation du panier.

Chapitre 2

Éléments bibliographiques sur la filtration, l'essorage et le séchage MO

L'objectif de cette synthèse bibliographique est de présenter l'état de l'art sur les procédés et les phénomènes physiques qui sont impliqués lors de la déshydratation centrifuge couplée avec un chauffage micro-ondes.

Dans un premier temps, sera présentée une synthèse des principaux travaux concernant la filtration frontale. Seront dégagés les paramètres clés de la filtration qui permettent en particulier de caractériser les propriétés de transfert de l'amas poreux qu'est le gâteau de filtration (perméabilité, résistance de média filtrant et porosité). Les aspects expérimentaux donnant accès à la détermination de ces propriétés seront aussi abordés. Ils permettront, par la suite, d'obtenir une caractérisation précise des objets poreux qui seront essorés et séchés simultanément.

Dans un deuxième temps, l'attention sera portée sur les phénomènes physiques qui interviennent au cours de l'essorage. Où s'intéressera en particulier aux aspects modélisation de façon à comprendre, le plus finement possible, les interactions entre la structure du gâteau, les propriétés des fluides en présence et les efforts appliqués sur la distribution du liquide dans le gâteau au cours de l'essorage.

Enfin, les mécanismes physiques du séchage micro-ondes seront présentés ainsi que les différents travaux de modélisation de la littérature. On cherchera ici à mettre en évidence les phénomènes spécifiques qui interviennent lors du séchage à haute température (susceptibles d'apparaître par chauffage micro-ondes) et leur description dans un modèle de séchage.

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

La description du chauffage diélectrique nécessite de connaître des propriétés diélectriques du gâteau en fonction de la teneur en eau. Une revue des différents modèles sur ce sujet sera présentée.

2.1 Filtration

La filtration liquide/solide est une séparation de deux phases, par écoulement de la suspension à travers un média filtrant avec la formation d'un milieu poreux (gâteau de filtration).

A l'échelle laboratoire, la filtration est généralement mise en œuvre dans des cellules de filtration qui peuvent reproduire différents procédés industriels, selon la technique utilisée (filtration gravitaire, filtration sous pression et filtration sous vide).

Dans l'industrie, la filtration est mise en œuvre dans diverses machines et sous différentes conditions opératoires : les filtres sous pression (filtres presses, à plateaux), les filtres sous vide (rotatifs, buchner) et les centrifugeuses (siphon rotatif, continues, semi-continues, discontinues).

L'objectif de cette partie de la synthèse bibliographique est de montrer les bases de la filtration et les principaux phénomènes qui interviennent, comme la compressibilité des gâteaux, le colmatage du média filtrant ou le phénomène de sédimentation au cours de la filtration.

2.1.1 Filtration frontale

La filtration frontale est le cas particulier de la filtration où la surface du média filtrant va être perpendiculaire à l'écoulement du fluide et la section du gâteau en cours de formation va rester constante. Ce type de filtration est la base de la filtration sur support.

L'équation de base de la filtration frontale a été établie par Ruth [Rut35]. Dans l'analyse faite par Ruth, la résistance hydraulique totale à l'écoulement est vue comme l'association en série de la résistance hydraulique du gâteau (R_g) et de celle du média filtrant (R_m), par analogie avec la loi d'Ohm.

Ruth obtient ainsi une relation qui permet, pour une filtration réalisée à pression ΔP constante, d'exprimer l'inverse du débit moyen de filtrat en fonction du volume de filtrat :

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu_l \langle \alpha \rangle \omega_c}{2A^2 \Delta p} V + \frac{\mu_l R_m}{A \Delta p} \quad (2.1)$$

où interviennent : α la résistance spécifique du gâteau, et ω_c la masse de gâteau sec déposé par unité de volume de filtrat.

La relation de Ruth n'est valable que si le gâteau est homogène et incompressible et si ω_c et R_m peuvent être considérés comme constants.

L'interprétation de cette équation suggère que α et R_m peuvent être déterminées respectivement par la pente et l'ordonnée à l'origine de la courbe t/V en fonction de V (Figure 2.1).

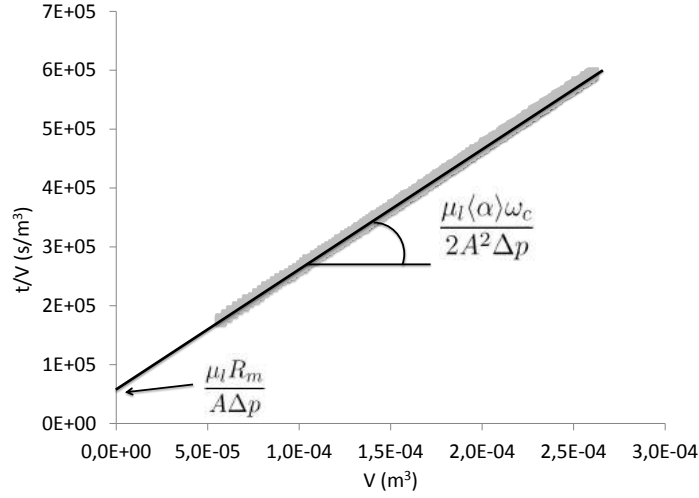


FIGURE 2.1 – Représentation selon Ruth des données de filtration

Le modèle basé sur l'équation de Ruth est largement utilisé pour la caractérisation des gâteaux de filtration et pour la détermination des procédés industriels. Cependant son domaine de validité est limité puisque les hypothèses sur lesquelles il est basé, gâteau incompressible et résistance de média filtrant constante sont rarement valides dans les procédés industriels. La plupart des suspensions filtrées forment des gâteaux compressibles [WT80]. Aussi les différents auteurs ont montré que la résistance de média filtrant évolue par colmatage pendant la filtration [TL83] et que les valeurs de la résistance de média filtrant (R_m) obtenues avec le modèle de Ruth peuvent être erronées [HS99].

2.1.2 Filtration sur gâteau compressible

L'écoulement d'un liquide à travers un milieu poreux génère, sur les particules solides, des forces de traînée. A ces forces s'ajoute soit la pression gravitaire (dans le cas d'une filtration gravitaire), soit la force centrifuge

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

(dans le cas d'une filtration centrifuge). Ces forces engendrent une compression progressive des couches poreuses dans la direction de l'écoulement. Si le milieu poreux constitué de l'arrangement des particules solide ne peut pas supporter les efforts liés à l'écoulement sans mouvement des particules, alors le milieu poreux est compressible.

2.1.2.1 Concept de pression solide

Les caractéristiques qui définissent les gâteaux de filtration, porosité et perméabilité, sont supposées dépendantes exclusivement de la pression solide qui est la contrainte effective exercée sur les particules solides et responsable de la réorganisation des particules solides dans le gâteau [TYTC87].

Selon l'expérience de Terzaghi, un liquide qui s'écoule au travers d'un milieu poreux de particules solides, entraîne celles-ci dans la direction de l'écoulement, provoquant une augmentation de la pression solide et une diminution de la pression liquide dans le sens de la filtration, ce qui génère une diminution de la porosité dans le même sens.

Un bilan de quantité de mouvement [TC77] permet d'établir une relation entre la pression solide et la pression liquide :

$$dp_s + dp_l = 0 \quad (2.2)$$

on peut alors représenter schématiquement les profils de pression liquide et solide dans un gâteau compressible (Figure 2.2).

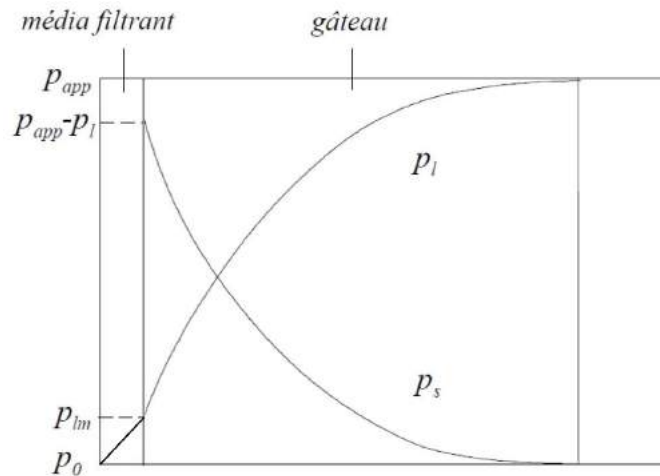


FIGURE 2.2 – Profils de pression liquide et solide dans le gâteau

Où p_{app} est la pression appliqué sur le milieu saturé, p_l est la pression liquide, p_{lm} est la pression au sein du milieu poreux au niveau du média filtrant, p_s est la pression solide et p_0 est la pression atmosphérique.

Les valeurs de la résistance spécifique moyenne et de la porosité moyenne d'un gâteau de filtration peuvent être déterminées à n'importe quelle pression si les relations entre résistance spécifique, porosité et la pression solide sont explicitées.

En conséquence, l'intérêt de définir la distribution de la pression solide dans un gâteau de filtration facilite l'extrapolation des résultats d'une cellule de filtration vers un filtre industriel.

Les relations $\alpha(p_s)$ et $\epsilon(p_s)$ peuvent être déterminées expérimentalement à l'aide d'une cellule de compression perméabilité (CCP). Les essais consistent à procéder à une perméation de liquide à travers un milieu poreux préalablement comprimé. Les mesures du débit de filtrat et de l'épaisseur du gâteau donnent respectivement la valeur de α et la valeur de ϵ pour la pression exercée sur le solide p_s .

2.1.2.2 Équation de Ruth pour matériaux compressibles

L'équation de Ruth (2.1) peut être utilisée dans les cas des gâteaux compressibles, si on suppose que les variations de porosité dans le gâteau n'entraînent pas de variation du débit de filtrat, c'est-à-dire si on suppose que les variations de porosité locale sont négligeables devant les variations de la résistance spécifique locale.

La résistance spécifique du gâteau qui doit alors être prise en compte est la résistance spécifique moyenne définie par Tiller et Cooper [TC60] de la façon suivante :

$$\langle \alpha \rangle = \frac{p_{app} - p_m}{\int_0^{p_{app} - p_m} 1/\alpha_z dp_s} \quad (2.3)$$

où p_m est la pression juste en aval du média filtrant. On en déduit ici que la résistance spécifique moyenne sera constante pendant l'opération seulement si p_m est négligée, c'est à dire si la résistance du média filtrant est négligeable. On peut constater aussi que la définition de la résistance spécifique moyenne ne correspond pas à la définition d'une moyenne [TYWC93]. On voit que le terme de droite dans l'équation (2.3) est en fait égal à $1/\langle \alpha \rangle$. Or, en général ces deux termes : $1/\langle \alpha \rangle$ et $\langle 1/\alpha \rangle$ sont différents. Dans l'article de Tiller et Horng [TH83], il est suggéré qu'un changement de $\langle 1/\alpha \rangle$ en $1/\langle \alpha \rangle$ demanderait des modifications compliquées dans des équations par ailleurs très utilisées dans la littérature.

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

L'équation de Ruth pour les matériaux compressibles reste très restrictive, étant donné que la résistance du média filtrant et la résistance spécifique moyenne du gâteau sont supposées constantes, et les variations du débit liquide à l'intérieur du gâteau et la vitesse des particules sont négligées.

2.1.2.3 Théorie de Tiller : paramètres de compressibilité

Des multiples travaux de Tiller et al. [TC77], [TL82] et [TCVHU80] entre autres, concernant l'étude de la filtration sur gâteau compressible ont conduit aux deux résultats fondamentaux suivants :

- α et ϵ sont constantes au dessous d'une valeur p_i de solide,
- les variations de α et ϵ au dessus de p_i peuvent être exprimées par des fonctions puissance de p_s .

Tiller et al. [TL80] ont défini des relations décrivant le changement de la porosité, la résistance spécifique et de la perméabilité en fonction de la pression solide. Dans ces relations des paramètres empiriques, appelés paramètres de compressibilité, sont définis.

La relation $\alpha(p_s)$ (2.4) faisant intervenir les paramètres de compressibilité p_a , α_0 et n est donnée ci-dessous :

$$\alpha = \alpha_0 \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^n \quad (2.4)$$

la relation de $\epsilon_s(p_s)$ (2.5) faisant intervenir les paramètres compressibilité p_a , ϵ_{s0} et β est donnée ci-dessous :

$$\epsilon_s = \epsilon_{s0} \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^\beta \quad (2.5)$$

la relation $k(p_s)$ est définie à partir des deux relations précédentes :

$$k = k_0 \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^\delta \quad (2.6)$$

où les paramètres de compressibilité sont : p_a , k_0 et δ . Les paramètre k_0 et δ peuvent être reliés aux autres paramètres par :

$$k_0 = \frac{1}{\rho_s \alpha_0 \epsilon_{s0}} \quad (2.7)$$

$$\delta = -n - \beta \quad (2.8)$$

en partant des relations 2.4 et 2.5 et connaissant les valeurs de la résistance spécifique et de la porosité moyennes pour différentes pressions de filtration,

les paramètres de compressibilité peuvent être calculés. La méthode consiste à trouver les valeurs des paramètres de compressibilité qui permettent de faire correspondre les valeurs de résistance spécifique obtenues à partir de la relation 2.3 et de son analogue pour la fraction solide aux points expérimentaux.

Tiller et Kwon [TK98] ont fait un classement de la compressibilité des gâteaux selon la valeur de l'indice de compressibilité n (Tableau 2.1).

n	Gâteau
0,2	Faiblement compressible
0,6	Modérément compressible
1	Très compressible
$> 1,5$	Extrêmement compressible

Tableau 2.1 – Classement des gâteaux en fonction de leur compressibilité

Une représentation de l'effet de l'indice de compressibilité n sur la résistance spécifique en fonction de la pression appliquée est présentée sur la Figure 2.3.

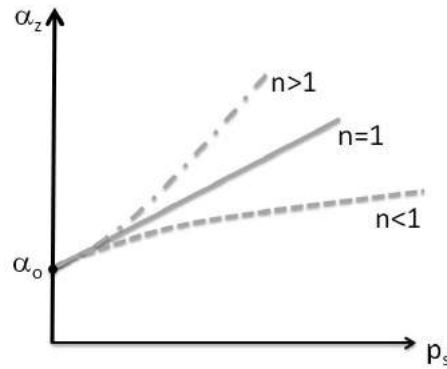


FIGURE 2.3 – Influence de n sur la résistance spécifique en fonction de la pression appliquée

2.1.2.4 Théorie de Yim

Yim pendant sa thèse [YIM84] a utilisé une cellule de CCP sur des suspensions floculées très compressibles ($n > 1$). Ses expériences ont remis en

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

question l'hypothèse fondamentale de Tiller concernant l'existence d'un seuil de pression p_i en dessous duquel α et ϵ sont constantes.

Les valeurs de p_i sont généralement très faibles ($p_i < 0,4 \text{ bar}$), et selon Yim, sont obtenues dans des conditions où le frottement du gâteau sur la paroi de la cellule peuvent, à eux seuls, expliquer le phénomène.

En conclusion, Yim a fait l'hypothèse que le comportement de α et ϵ_s en fonction de p_s est bien représenté par des relations du type (2.5) et (2.4) dans tout le domaine de pression solide.

Les travaux et hypothèses de Tiller et Yim permettent d'établir une théorie complète de la filtration sur gâteau compressible.

2.1.3 Colmatage du média filtrant

La définition de la résistance du média filtrant est :

$$R_m = \frac{e_m}{k_m} \quad (2.9)$$

où e_m et k_m sont respectivement l'épaisseur et la perméabilité du média filtrant. Différents facteurs peuvent modifier la perméabilité du média au cours du temps. Des particules peuvent se poser dans la structure interne du filtre générant un colmatage qui évolue avec le temps [TL83]. Aussi, la charge exercée par le gâteau sur le média filtrant peut comprimer les fibres du média filtrant, diminuant la surface de passage du liquide dans le milieu filtrant [CAK94]. La littérature fournit différents modèles de colmatage et d'évolution de la résistance du média filtrant R_m avec le temps, mais ici nous ne discuterons pas de la validité de ces modèles.

La résistance du média filtrant peut être mesurée à partir de la perte de charge aux bornes du média filtrant :

$$R_m = \frac{\Delta p_m}{\mu q_{Lm}} \quad (2.10)$$

où Δp_m est la perte de charge aux bornes du média et q_{Lm} est le débit du liquide traversant le média filtrant. Seule la mesure de la chute de pression à travers du média filtrant permet d'obtenir de façon certaine la résistance du média filtrant au cours du temps.

2.1.4 Phénomène de sédimentation au cours de la filtration

La sédimentation des particules est souvent considérée comme un phénomène mineur dans la filtration sous pression ou dans la filtration sous vide, mais peut être importante sous champ centrifuge.

Dans un procédé de filtration, les particules solides sont entraînées par le mouvement du liquide et en même temps les particules solides sédimentent au sein de ce liquide (vitesse relative de la particule par rapport au liquide). Où la vitesse des particules solides ν_p est la somme de la vitesse du liquide et de la vitesse relative de la particule :

$$\nu_p = \nu_l + \nu_{sed} \quad (2.11)$$

où ν_{sed} est la vitesse de sédimentation du solide. Dans le cas de la filtration centrifuge, cette vitesse du solide est obtenue à partir de la sédimentation gravitaire ν_g :

$$\nu_{sed} = \frac{r\omega^2}{g} \nu_g \quad (2.12)$$

la vitesse de sédimentation gravitaire peut être déterminée par des essais de sédimentation (Norme : FD-T97001-2).

2.1.4.1 Théorie de la sédimentation de Kynch

Selon la théorie de la sédimentation de Kynch [Kyn52], la sédimentation est un phénomène seulement fonction de la concentration de la suspension. La chute d'une particule est gênée par le déplacement de fluide occasionné par la chute des particules avoisinantes. Par conséquence, plus la suspension est concentrée, plus la vitesse de sédimentation est faible.

2.1.4.2 Modèle de Buscall et White

Ce modèle décrit la sédimentation en fonction de la fraction volumique en solide (ϕ), où il y a deux zones différenciées : la zone de sédimentation et la zone de consolidation [BW87]. Dans la zone de sédimentation les particules ne sont pas en contact entre elles, mais leur chute induit un mouvement du fluide vers le haut pouvant gêner la chute des particules voisines. Le modèle s'applique aussi au gâteau en formation, c'est à dire à la zone de consolidation et il y a une continuité entre les différentes zones.

2.2 Filtration centrifuge

Dans une essoreuse, la suspension est introduite dans le panier en rotation. La force centrifuge envoie la suspension vers la toile filtrante qui est collée à la paroi du panier, laissant passer le fluide et bloquant les particules. Si la résistance du média filtrant associée à celle du gâteau est suffisamment grande, un anneau liquide se formera à la surface du gâteau.

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

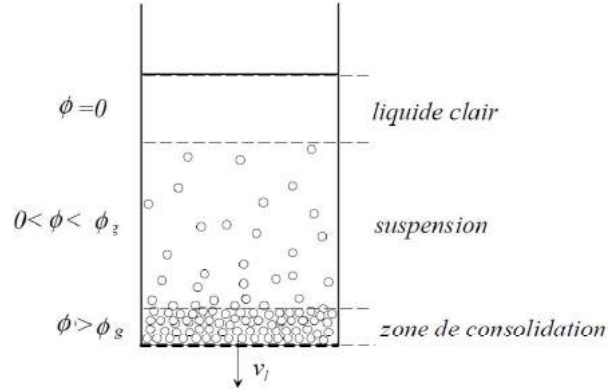


FIGURE 2.4 – Représentation des différentes zones du modèle de Buscall et White

Sur la Figure 2.5, une représentation schématique de la filtration centrifuge est montrée, sur laquelle on a noté : r_0 le rayon interne du panier, r_g le rayon correspondant à la position de la surface du gâteau et r_l le rayon de l'anneau liquide.

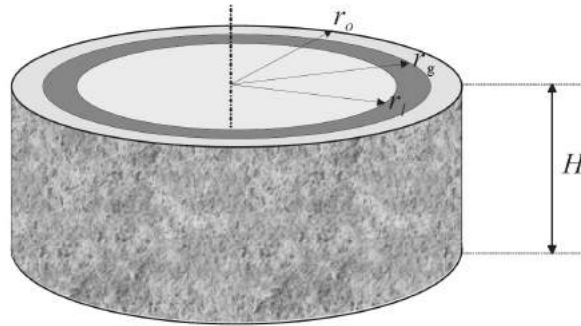


FIGURE 2.5 – Filtration centrifuge dans une essoreuse

L'étude théorique de la filtration centrifuge repose essentiellement sur l'adaptation des lois et bilans établis en filtration simple aux conditions nouvelles qui existent dans cette configuration :

- surface de filtration cylindrique et surface de filtration qui se réduit selon l'épaisseur du gâteau,
- terme moteur de la filtration lié à la force centrifuge dans la gâteau et à la pression liquide à la surface du gâteau.

2.2.1 Modèles de filtration centrifuge

Deux modèles de filtration centrifuge seront présentés dans la suite, traitant le cas des gâteaux incompressibles pour le premier et compressibles pour le second.

2.2.1.1 Modèle de filtration centrifuge pour gâteaux incompressibles

Un modèle de filtration centrifuge pour gâteaux incompressibles a été développé dans la thèse de Léger [Leg08]. Il néglige le phénomène de sédimentation, l'effet de la gravité et le phénomène de la compressibilité du gâteau. Il suppose que le liquide est newtonien et incompressible et s'écoule de façon isotherme. L'avantage de ce modèle est que sa résolution numérique est très simple et permet d'accéder en un temps de calcul négligeable à l'évolution de la position de l'anneau liquide, la position de la surface du gâteau et le débit de filtrat.

Le débit de filtrat est donné par la relation suivante :

$$q_l = \frac{k \frac{1}{2} p_l \omega^2 (r_0^2 - r_l^2)}{\mu_l \left(\frac{1}{2\pi H} \ln \left(\frac{r_0}{r_g} \right) + \frac{k R_m}{2\pi r_0 H} \right)} \quad (2.13)$$

où H représente la hauteur du panier.

L'évolution de la position de la surface de l'anneau liquide est donnée par la relation suivante :

$$\frac{dr_l}{dt} = \frac{1}{2\pi H r_l} \left[\frac{k \frac{1}{2} \rho_l \omega^2 (r_0^2 - r_l^2 + 2r_0 e_m)}{\mu_l \left(\frac{1}{2\pi H} \ln \left(\frac{r_0}{r_g} \right) + \frac{k R_m}{2\pi r_0 H} \right)} - q_0 \right] \quad (2.14)$$

où q_0 est le débit volume de l'alimentation.

L'évolution de la surface du gâteau peut s'exprimer par :

$$r_g(t) = \sqrt{\frac{C_0 r_l^2 - (1 - \epsilon) r_0^2 + \frac{q_l C_0 t}{\pi H}}{C_0 - 1 + \epsilon}} \quad (2.15)$$

où C_0 est la concentration en solide dans la suspension au niveau de l'alimentation et t , le temps de filtration.

Le domaine d'application de ce modèle est limité par l'hypothèse de gâteau incompressible quand la plupart des suspensions donnent lieu à des gâteaux compressibles [WT80]. La précision de ce modèle peut être compromise par le fait d'avoir ignoré la sédimentation qui peut avoir un effet important dans les procédés de filtration centrifuge.

2.2.1.2 Modèle de filtration centrifuge pour gâteaux compressibles

Généralement, l'équation de Darcy ne peut pas être résolue directement du fait que k et ϵ ne sont pas directement fonctions de la pression liquide. Comme pour la filtration sous pression de gâteaux compressibles, une seconde équation décrivant les efforts exercés sur la structure des particules et prenant en compte le comportement du gâteau doit être utilisée. Cette équation doit être résolue en premier pour connaître la distribution de p_s à l'intérieur du gâteau. L'équation de Darcy permet alors d'obtenir la pression liquide dans le gâteau.

Une des principales différences avec les modèle de filtration sous pression sur gâteau compressible est la relation correspondant au bilan de force sur le gâteau. Celle-ci fait intervenir l'effet centrifuge qui joue un rôle important sur la constitution du gâteau.

L'équation décrivant la distribution de pression solide dans le gâteau a été donnée par Tiller et al. (2.16) :

$$\frac{\partial p_s}{\partial r} + (1 - k_0) \frac{p_s}{r} = (\rho_s - \rho) \epsilon_s r \omega^2 + \frac{\mu \epsilon}{2\pi r k} \left(\frac{Q}{\epsilon} - \frac{Q_s}{\epsilon_s} \right) \quad (2.16)$$

où Q et Q_s sont respectivement les débits volumiques de liquide et de solide par unité de hauteur de panier (m^3/ms).

2.3 Drainage et Essorage

Le drainage correspond au déplacement au sein d'un milieu poreux de la phase mouillante par la phase non mouillante.

L'essorage est la phase de déshydratation d'un cycle de filtration centrifuge au cours de laquelle l'interface liquide/gaz se déplace dans le milieu poreux et l'état limite atteint correspond à un équilibre entre la force centrifuge et les forces de rétention capillaire.

L'objectif de la modélisation de l'essorage est de déterminer l'évolution de la saturation liquide moyenne du milieu poreux $\bar{S}_l(t)$ et le profil de saturation au cours du temps $S_l(r, t)$.

2.3.1 Écoulement diphasique en milieu poreux

L'écoulement du filtrat dans le gâteau lors de la phase de déshydratation est un écoulement biphasique au cours duquel le volume de liquide expulsé est remplacé par une phase gazeuse. La présence de cette deuxième phase

ajoute aux effets visqueux les forces de rétention capillaire qui s'opposent également à l'écoulement du filtrat et qui expliquent la quantité d'eau résiduelle observée lors d'une opération d'essorage.

2.3.1.1 Modèle de Darcy généralisé

Le modèle de Darcy généralisé est une extension de la loi de Darcy décrivant un écoulement monophasique en milieu poreux, afin de traiter des problèmes d'écoulement biphasique. Ce modèle prend en compte les effets capillaires et le fait que l'écoulement d'une des phases fluides est gêné par la présence de l'autre phase fluide.

Ainsi, la relation de Darcy généralisée prend la forme suivante, pour la phase liquide :

$$\vec{v}_l = -\frac{k k_{rl}}{\mu_l} \vec{\nabla}(p_l + \Phi) \quad (2.17)$$

où k_{rl} représente la perméabilité relative à la phase liquide qui est une fonction de la saturation.

2.3.1.2 Pression capillaire

L'analyse du procédé d'essorage montre qu'au début de l'essorage, le gâteau voit sa saturation diminuer car le liquide (phase mouillante) est expulsé du gâteau sous l'effet de la force centrifuge. Le liquide évacué est remplacé par du gaz (phase non mouillante) qui joue ici le rôle d'une phase passive et n'influence pas, si ce n'est par les effets capillaires le mouvement du liquide. La pression capillaire qui est la différence de pression entre la phase non mouillante et la phase mouillante (qui n'est pas définie initialement car le gâteau est saturé) augmente alors localement au fur et à mesure que la saturation liquide diminue. Dans un pore insaturé, les deux phases fluides immiscibles sont séparées par une interface courbe, au niveau de laquelle il y a une discontinuité de densité de matière et de pression. La forme de cette interface est l'effet de l'existence de forces interfaciales qui agissent uniquement aux frontières des deux phases et qui sont tangentielles à l'interface (le ménisque).

Dans le milieu poreux, la taille et la forme des pores sont très variables, c'est pour cette raison qu'on utilise des modèles pour prendre en compte les effets capillaires. Les modèles de pression capillaire correspondent à une expression mathématique liant la pression capillaire et la saturation (Figure 2.6) et traduisant l'effet des forces capillaires à l'échelle du V.E.R.

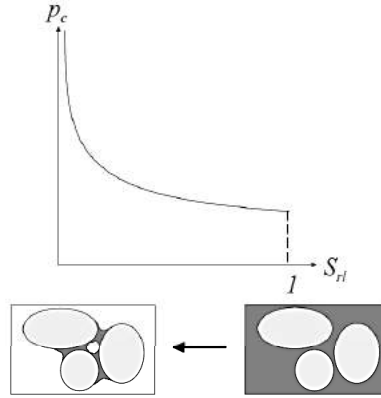


FIGURE 2.6 – Allure d’une courbe de pression capillaire de drainage

2.3.1.3 Relations $p_c(S_l)$ et $k_{rl}(S_l)$

L’intrusion d’une phase fluide non miscible dans un milieu poreux saturé gêne la présence de la phase saturante. Ce phénomène est pris en compte par la définition des perméabilités relatives aux fluides considérés, qui pour le cas de l’essorage sont k_{rl} la perméabilité relative au liquide et k_{rg} la perméabilité relative au gaz. Les perméabilités relatives sont des fonctions de la saturation liquide (Figure 2.7).

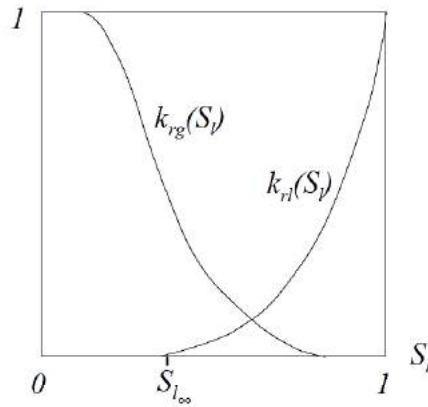


FIGURE 2.7 – Allure des courbes de perméabilités relatives

Dans la bibliographie existent plusieurs modèles mathématiques pour décrire les relations $p_c(S_l)$ et $k_{rl}(S_l)$. Nous présentons ici seulement le modèle

de Brooks et Corey [BC64], qui est largement utilisé dans la bibliographie. Dans ce modèle la relation de pression capillaire est donnée par :

$$S_{rl} = \left(\frac{p_b}{p_c}\right)^\lambda \quad (2.18)$$

pour $p_c > p_b$ où p_b est la pression d'entrée, pression capillaire minimale qu'il faut imposer pour faire pénétrer la phase non mouillante dans le milieu poreux et S_{rl} la saturation liquide réduite définie par :

$$S_{rl} = \frac{S_l - S_{l\infty}}{1 - S_{l\infty}} \quad (2.19)$$

la relation de perméabilité relative est représentée par :

$$k_{rl} = S_{rl}^{\frac{2+3\lambda}{\lambda}} \quad (2.20)$$

une revue des différents modèles est donnée dans deux articles de Fredlund et al. ([FXH94] et [FX94]).

Dans le modèle de Brooks et Corey, le milieu poreux est initialement saturé ($S_l = 1$) et il n'y a pas d'effet capillaire. Au début du drainage, lors de l'apparition des premiers ménisques à la surface du milieu poreux, la valeur de la pression capillaire devient égale à la pression d'entrée p_b . Pendant le drainage, la saturation diminue et la pression capillaire augmente, jusqu'à la fin du drainage, où la saturation tend vers la saturation irréductible $S_{l\infty}$, si la pression capillaire devient théoriquement infinie.

Les relations de Brooks et Corey ont l'avantage de ne faire intervenir qu'un petit nombre de paramètre : l'indice de distribution de taille des pores λ , la pression d'entrée p_b et la saturation irréductible $S_{l\infty}$.

L'indice de taille de pore peut, en théorie, prendre des valeurs comprises entre 0 (milieu présentant une distribution très large de taille de pore) et l' ∞ (pour un milieu présentant des pores de taille uniforme).

La détermination expérimentale de la courbe de pression capillaire permet d'obtenir les valeurs de la pression d'entrée p_b et de l'indice de distribution de taille des pores λ .

2.3.2 Modèles d'essorage

Dans la littérature pour modéliser le procédé d'essorage il y a deux types d'approche principales. Certains auteurs ont appliqué des lois physiques à l'intérieur du milieu poreux de forme quelconque et ils ont abouti à l'échelle macroscopique à des équations qui définissent l'essorage, mais ces équations

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

ont besoin de paramètres difficiles à déterminer expérimentalement. D'autres auteurs ont préféré schématiser les pores par des formes géométriques simples pour modéliser l'essorage, ce qui donne des modèles à moins de paramètres, mais donnant une description simplifiée du phénomène.

2.3.2.1 Modèle capillaire

Dans les modèles capillaires le milieu poreux est présenté comme un ensemble des pores cylindriques (capillaires) parallèles, de diamètres d_c . La définition de la taille et de la distribution des capillaires est le cœur des modèles capillaires.

Modèle de Zeitsch :

Zeitsch [Zei78] utilise la distribution de Boltzmann pour faire la répartition des diamètres des capillaires pour modéliser le milieu poreux.

Zeitsch analyse le procédé de drainage par un bilan de forces sur le liquide contenu dans un pore de diamètre d_c . La distribution de Boltzmann permet d'élargir sa théorie au réseau capillaire entier (milieu poreux). De cette façon, Zeitsch obtient l'évolution de la saturation au cours du temps S_l et la saturation liquide irréductible $S_{l\infty}$.

L'intérêt principal de cette modélisation est l'absence de paramètres déduits de l'expérience.

Méthode expérimentale de détermination de la courbe de pression capillaire de drainage :

La méthode expérimentale utilisée par Wakeman et Vince pour déterminer la distribution des diamètres de pores consiste à drainer le milieu poreux à différents paliers de pression successifs [WV76], [Wak79a] et [Wak79b]. Ces paliers de pressions peuvent être convertis en taille de pore grâce à la loi de Jurin :

$$p_c = \frac{4\gamma \cos \theta}{d_c} \quad (2.21)$$

avec p_c la pression capillaire, γ la tension superficielle du liquide et θ l'angle de contact ou de mouillage. Cette méthode permet de calculer une certaine distribution des diamètres des pores (capillaires) représentative du milieu. Cependant, cette méthode nécessite des expérimentations précises et longues pour aboutir à la distribution de taille de pores.

2.3.2.2 Modèle d'écoulement en film

Le modèle d'écoulement en film considère que le milieu poreux est constitué de deux volumes de comportements différents : une zone saturée (le pied capillaire), où s'applique la loi de Darcy, une deuxième zone non saturée où un film de liquide retenu sur les surfaces des parois s'écoule avec une vitesse faible et dont l'épaisseur décroît dans le temps. La position de la zone saturée (front de saturation) va se déplacer jusqu'à atteindre le pied capillaire d'équilibre à la fin de l'opération et qui va définir la frontière entre les deux parties (saturée et non saturée)(Figure 2.8).

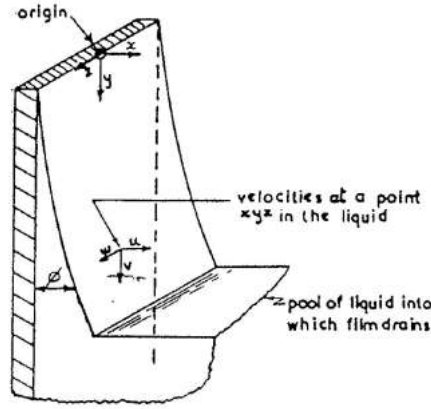


FIGURE 2.8 – Représentation de la distribution du volume liquide dans le modèle de film [NS58]

Modèle de Nenniger et Storow :

Nenniger et Starrow [NS58] ont développé un modèle qui prédit l'évolution de la saturation au cours du temps, en supposant que le milieu poreux est incompressible et que la résistance hydraulique du média filtrant (R_m) est négligeable devant celle du gâteau. Ils ont construit un dispositif expérimental spécifique et original pour valider leur modèle.

Le modèle prend en compte de façon simplifiée les effets capillaires, induisant une surestimation de la cinétique de déshydratation du milieu poreux. Il nécessite la connaissance des certains paramètres, tel que la surface spécifique du milieu poreux, dont l'estimation peut être compliquée.

Modèle de Shirato :

Le modèle de Shirato et al. ([SMM81] et [SMM83]) est un modèle théorique similaire à celui proposé par Nenniger et Storrow qui donne l'évolution de la saturation au cours du temps pour un lit granulaire.

Ces auteurs ont réalisé des essais de déshydratation centrifuge de milieux composés de billes de verre et de grains de sable avec un dispositif expérimental sophistiqué conçu pour valider le modèle. Ils ont observé une bonne correspondance entre les résultats expérimentaux et leur modèle.

2.3.2.3 Modèle basé sur les équations de Darcy généralisées

Les modèles basés sur la loi de Darcy généralisée prennent en compte les effets capillaires et le phénomène qui gêne l'écoulement d'une des phases fluides par la présence dans les pores de l'autre phase fluide. Les modèles de drainage sont formulés sur la loi de Darcy généralisée (2.22) et l'équation de continuité (2.23).

$$\vec{v}_l = -\frac{kk_{rl}}{\mu_l} \vec{\nabla}(p_l + \Phi) \quad (2.22)$$

$$\frac{\partial(\epsilon S_l)}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (\vec{v}_l) = 0 \quad (2.23)$$

la formulation de ces équations est valable pour les drainages gravitaire et centrifuge.

Modèle de Wakeman et Vince :

Wakeman et Vince ont développé un modèle basé sur la loi de Darcy généralisée valable pour le drainage gravitaire [WV84] et [WV86b] pour l'essorage centrifuge [WV86a].

Le modèle analysé dans cette synthèse bibliographique [WV86a] a été développé pour le cas de l'essorage centrifuge. Les hypothèses simplificatrices appliquées sont les suivantes : l'influence de la gravité par rapport aux forces centrifuges est considérée négligeable et le milieu poreux pendant le drainage est considéré incompressible et homogène.

La formulation est basée sur la combinaison de la loi de Darcy généralisée (2.22) avec la relation de continuité (2.23). Wakeman et Vince utilisent les fonctions $p_c(S_l)$ et $k_{rl}(S_l)$ (2.20) du modèle de Brooks et Corey (2.18). Ils utilisent aussi une corrélation donnant la valeur de p_b pour fermer le modèle. Par contre, ils ne donnent aucune information sur la valeur de l'indice de distribution de taille de pores λ .

L'analyse des profils de saturation obtenus par une procédure numérique du modèle de Wakeman et Vince pour le drainage centrifuge montre qu'à partir du premier instant du drainage tous les points du milieu poreux passent de $S_{rl} = 1$ à $S_{rl} < 1$ (sauf les points imposés par la condition à la limite de la surface du gâteau $S_{rl} = 1$ à $S_{rl} = 0$). Selon ces profils de saturation, le milieu poreux commence à se désaturer dès les premiers instants sur toute sa hauteur, sans prendre en compte l'existence du pied capillaire, zone qui reste saturée dans la plupart des gâteaux tout au long du drainage. La cinétique de désaturation est ainsi très surestimée.

Le passage de $S_{rl} = 1$ à $S_{rl} = 0$ instantanément, signifie théoriquement que la pression capillaire est infinie et que la pression liquide est très fortement négative.

Modèle de Léger et al. :

Les modèles de drainage gravitaire et centrifuge développés par Léger et al [Leg08] et [LVJ⁺06] reposent sur les travaux de Wakeman et Vince. Léger et al. proposent une reformulation du modèle de Wakeman et Vince en privilégiant une autre variable, la pression liquide p_l plutôt que la saturation S_l . La formulation en saturation de Wakeman et Vince introduit la notion de pression capillaire, grandeur qui n'a pas de sens pour un milieu saturé. Par contre la pression liquide existe que le milieu soit saturé ou non.

La formulation du modèle en pression liquide permet de respecter la cinétique de désaturation et de prendre en compte le pied capillaire, voir les profils de saturation numériques pour le modèle centrifuge de Léger et al (Figure 2.9). Aussi dans cette formulation, le modèle prend en compte la résistance du média filtrant R_m , paramètre dont l'influence sur la cinétique d'essorage est très souvent négligée.

2.4 Séchage micro-ondes

Les objectifs fondamentaux de l'analyse du phénomène de séchage sont de connaître l'évolution dans le temps et la répartition spatiale de la teneur en eau et de la température du produit.

La recherche scientifique s'accorde sur l'approche macroscopique du phénomène (l'équivalence avec un milieu homogène et continu) et sur l'utilisation des modèles basés sur la théorie de Whitaker [Whi77].

Cette partie analyse aussi les différents travaux de la littérature sur la modélisation de l'apport thermique par micro-ondes et sur l'estimation de la

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

permittivité complexe d'un milieu poreux partiellement saturé.

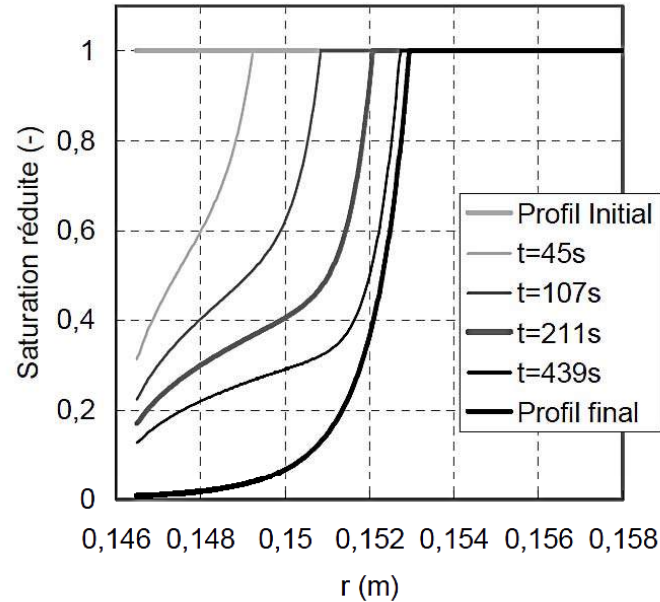


FIGURE 2.9 – Les profils de saturation obtenus par le modèle de Léger et al. pour le drainage centrifuge

2.4.1 Différents types de séchage

Dans un procédé de séchage, selon la température atteinte dans le produit, les phénomènes qui pilotent le transfert de masse à l'intérieur du milieu poreux et l'évacuation d'eau à la surface extérieure sont différents.

2.4.1.1 Séchage basse température

Au cours d'un séchage basse température, la température dans le produit est plus basse que la température d'ébullition imposée par la pression extérieure. L'eau est transférée par plusieurs mécanismes jusqu'à la surface extérieure où elle est évaporée :

- diffusion capillaire où les gradients de p_c conduisent l'eau jusqu'à la surface,
- diffusion de vapeur où l'eau dans l'air est transféré vers la surface.

Les écarts de teneur en eau et la température pilotent le procédé.

2.4.1.2 Séchage haute température

Dans ce cas là, la température dans le produit peut être plus haute que la température d'ébullition imposée par la pression extérieure. Une partie de l'eau se vaporise à l'intérieur du milieu poreux et l'eau est transférée à l'état liquide ou gazeux à travers le milieu poreux (phénomène de ruissellement). Le gradient de pression totale agissant sur les phases liquide et gazeuse devient la force qui pilote le procédé (au moins au début quand il y a assez d'eau).

2.4.2 Théorie de Whitaker

Le milieu poreux non saturé se caractérise par la présence de trois phases (Figure 2.10) :

- phase solide : considérée comme indéformable,
- phase liquide : composée par l'eau libre et l'eau liée,
- phase gazeuse : constituée de vapeur d'eau et d'air.

La phase gazeuse et la phase liquide sont considérées comme immiscibles.

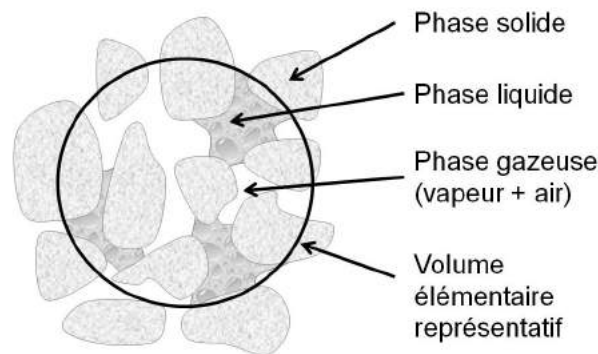


FIGURE 2.10 – Schéma d'un milieu poreux partiellement saturé et volume élémentaire représentatif associé

Le milieu poreux à l'échelle microscopique est hétérogène, c'est-à-dire le volume élémentaire représentatif choisi est hétérogène, mais il est rendu continu et équivalent par une opération de prise de moyenne qui a été développée par Whitaker [Whi77]. Dans le nouveau volume équivalent homogène et continu [Con92], les variations microscopiques relatives à une grandeur n'interviennent plus et les variations macroscopiques n'interviennent pas encore.

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

Whitaker a appliqué les équations de conservation de masse, d'énergie et de quantité de mouvement pour chacune des trois phases présentent dans le volume élémentaire représentatif. L'intégration des équations sur le VER permet d'aboutir à un système d'équations décrivant les transferts de chaleur et de masse dans le milieu poreux.

La théorie de Whitaker analyse en profondeur le transfert de masse des phases liquide et gazeuse, et changements de phase quand ils se déplacent de la partie chaude du milieu poreux vers la partie froide. La théorie analyse aussi le transfert d'énergie à travers le milieu poreux et la possibilité d'avoir un source d'énergie volumique qui peut modéliser, par exemple, un chauffage diélectrique. Le système d'équations développé permet aussi d'analyser l'évolution au cours du temps de la répartition spatiale de la teneur en eau et de la température.

2.4.2.1 Modèle de Moyne et Perré

Le modèle [MP91] est basé sur la théorie de Whitaker. Les auteurs ont travaillé sur trois axes principaux pour développer leur modèle : l'importance de la conservation de la masse d'air, la forme correcte du bilan d'énergie et la présence d'eau liée.

Les auteurs ont considéré le milieu poreux comme étant rigide, le système étant en équilibre thermodynamique (la température étant localement la même dans les trois phases), la pression de vapeur dans la phase gazeuse étant donnée par sa valeur d'équilibre, la chaleur spécifique de l'eau liée étant constante.

Le cœur du modèle est un système de trois équations aux dérivées partielles :

- le bilan de masse total de l'eau (liquide et vapeur),
- l'équation de conservation d'énergie,
- la conservation de la masse d'air.

Les trois paramètres pour résoudre ce système d'équations sont : la teneur en eau, la température et la pression totale de la phase gazeuse.

Les auteurs ont publié une deuxième article [PM91] où ils ont appliqué le modèle sur différents produits (bois de sapin, béton et un milieu poreux granulaire), sur différentes géométries (1D et 2D, les deux dans des coordonnées cartésiennes et cylindriques), selon différentes conditions de séchage (séchage convectif, séchage micro-ondes) et pour différents types de séchage (haute température et basse température). Tous les mécanismes physiques pris en compte ont été correctement simulés. Les expériences de séchage convectif à haute température et de séchage micro-ondes ont donné des résultats se

comparant bien avec les simulations.

Constant et les auteurs du modèle ont publié un autre article, où ils utilisent le modèle pour simuler le séchage avec apport thermique par MO [CMP96]. Les résultats obtenus permettent de montrer l'aptitude du modèle à simuler les transferts de masse et d'énergie dans un procédé de séchage avec chauffage à cœur.

2.4.2.2 Modèle de Grolmes et Bergman

Les auteurs ont développé un modèle de séchage assisté par chauffage diélectrique pour des matériaux non-hygroscopiques [GB90], où les transferts par effets capillaires sont négligeables. Le modèle de séchage à basse température modélise le produit en deux volumes, une partie saturée et une partie non saturée. Les deux volumes sont séparés par une front de séchage.

L'apport thermique par micro-ondes est représentée par un terme constant et la phase solide est considérée comme transparente aux micro-ondes. Les auteurs ont développé un dispositif expérimental avec un lit saturé de bille de verre pour valider le modèle, qui donne des résultats proches des résultats expérimentaux.

2.4.2.3 Modèle de Chen et Schmidt

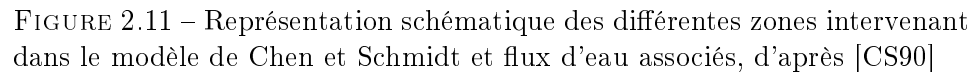
Le modèle est conçu pour modéliser le séchage dans les matériaux hygroscopiques et non hygroscopiques [CS90]. Il permet aussi de modéliser le séchage à haute température où l'effet de la phase gazeuse dans le transfert d'eau à l'état gazeux ou liquide peut-être important.

Pendant le séchage, deux régions différentes sont définies, la région humide et la région sèche ou de sorption. La frontière entre les deux régions est définie par le front d'évaporation ou de séchage (Figure 2.11).

Le modèle a été comparé à des résultats de séchage sur différents types de matériaux : lit de bille de verre, sphères d'aluminium et de particules de polymère. Le modèle donne de bonnes valeurs de température à l'intérieur du produit et peut-être utilisé pour prédire le séchage avec d'autres conditions. Le modèle peut modéliser aussi le transfert d'humidité à l'intérieur du milieu poreux, l'effet de la phase gazeuse et l'apport d'énergie à cœur.

2.4.2.4 Modèle de Wang et Al.

Le modèle développé par Wang et al. [WMC11] est unidimensionnel, il est basé sur le transfert de masse et de chaleur dans une sphère poreuse humide et l'effet de la gravité n'a pas été pris en compte. Le modèle a été



Wang et al. ont appliqué leur modèle 1D sur le séchage par lyophilisation. Pour maintenir les avantages de ce type de séchage l'idée a été d'utiliser des sphères diélectriques, avec des facteurs de pertes (ϵ'') élevés. Les sphères ont été mélangés avec le matériau et l'ensemble congelé. Les sphères ont une valeur d' ϵ'' plus élevée que le produit et la glace. Elles absorbent l'énergie radiante qu'elles transmettent au produit et à la glace par conduction. Le modèle 1D donne une modélisation correcte du séchage, mais il représente de façon très simplifiée l'apport de chaleur par chauffage diélectrique et un champ électrique constant.

2.4.3 Période du mouvement du liquide ou le phénomène de ruissellement

Lyons et Hatcher [LHS72] ont fait des essais de séchage micro-ondes à 2,45 GHz sur des échantillons de coton. Un ruissellement ou expulsion du liquide à la surface du produit a été observé pour des densités de puissance élevées et pour les milieux poreux fortement saturés. Le liquide ruisselle goutte à goutte à partir d'un film liquide recouvrant la surface, et même il jaillit sous forme de gouttelettes [Con92].

Après une première phase de mise en température, jusqu'à la température d'ébullition locale, un rapide changement de teneur en eau a été observé pour des échantillons avec une teneur en eau élevée (Figure 2.12). L'écoulement du liquide a été observé pendant cette phase en raison de la génération rapide de vapeur à l'intérieur du milieu poreux qui provoque un gradient de pression poussant le liquide vers la surface.

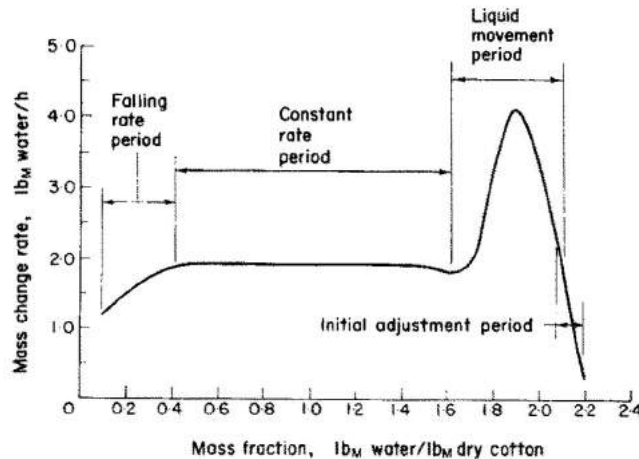


FIGURE 2.12 – Évolution du flux masse d'eau en fonction de la teneur en eau, source : [LHS72]

Constant et al. [Con92] et [CMP96] ont développé un dispositif expérimental sur lequel ils appliquent des micro-ondes à 2,45 GHz à des échantillons de béton cellulaire, dans le but de modéliser le séchage avec génération de chaleur interne pour étudier l'effet de ruissellement.

Constant dans sa thèse [Con92] a analysé les difficultés à modéliser l'effet de ruissellement. Dans l'article publié sur la modélisation du séchage avec génération de chaleur interne [CMP96], ils ont pris en compte le ruissellement

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

d'un point de vue macroscopique, en raison de la complexité des physiques à l'échelle du pore. La description simplifiée explique le mouvement du liquide en début de séchage d'une manière satisfaisante.

2.4.4 Source d'énergie micro-ondes

Dans la théorie de Whitaker, l'apport de chaleur à cœur est pris en compte dans les équations de la chaleur par un terme source volumique noté Φ .

Le terme de dissipation d'énergie Φ dans le cas du chauffage diélectrique prend la forme :

$$\Phi = \frac{1}{2} f \epsilon_0 \epsilon'' \vec{E}^2 \quad (2.24)$$

où Φ est la densité de puissance dissipée (W/m^3), f la fréquence du champ électromagnétique, ϵ_0 la permittivité du vide, ϵ'' la partie imaginaire de la permittivité complexe et \vec{E} le champ électrique.

Pour bien définir la puissance générée dans le volume il y a deux difficultés principales :

- la première est la détermination de ϵ'' qui dépend de la nature du produit et qui varie avec la teneur en eau et avec la température,
- la deuxième est le calcul du champ électrique, qui revient à résoudre les équations de Maxwell, et dans lequel la permittivité complexe intervient.

En raison de la difficulté à définir la puissance volumique générée dans le produit, la plupart des auteurs ont adopté des modèles simplifiés.

La modélisation la plus simple possible est de prendre la source d'énergie comme constante. Grolmes et Bergman ont utilisé cette représentation [GB90].

Perré et Moyne [PM91] ont fait un modèle simple pour décrire l'apport thermique par micro-ondes. La puissance totale Φ appliquée dans tout le volume a été considérée constante, le champ électrique \vec{E} a été considéré uniforme dans tout le volume en raison d'une épaisseur faible (*demi épaisseur* $\leq 1cm$) et ϵ'' est constante dans la zone hygroscopique et il dépend seulement de la teneur en eau dans la zone non hygroscopique.

La modélisation de la source de chaleur utilisée par Wang et al. [WMC11] est une simplification de l'équation (2.24) et le module du champ E a été pris constant dans tout le volume et les différents matériaux.

$$\Phi = k E^2 \quad (2.25)$$

où k (à ne pas confondre avec le terme de perméabilité) est le coefficient de dissipation d'énergie micro-ondes qui n'est pas détaillé dans l'article.

Chen et Schmidt [CS90] ont modélisé l'apport thermique à cœur par l'équation (2.24). Ils ont pris le champ électrique constant dans tout le produit, mais ils ont défini deux régions, une région humide (1) et une région sèche ou de sorption (2), avec des valeurs de perte différentes ϵ_1'' et ϵ_2'' . Ils ont défini aussi une relation entre ϵ_1'' et ϵ_2'' :

$$\Phi = \frac{1}{2} f \epsilon_0 \vec{E}^2 (\epsilon_1'' V_1 + \epsilon_2'' V_2) \quad (2.26)$$

où Φ est la puissance dissipée (W), V_1 est le volume de la région humide (m^3) et V_2 est le volume de la région sèche (m^3).

Constant et al. [CMP96] ont fait un modèle simple pour définir la répartition de la densité de puissance Φ , où ils ont modélisé la densité de puissance générée en fonction de la teneur en eau locale :

$$\Phi = \frac{P_{appli}}{V} \frac{W}{\bar{W}} \quad (2.27)$$

relation dans laquelle P_{appli} représente la puissance appliquée au produit, V le volume du produit, W la teneur en eau locale et \bar{W} la teneur en eau moyenne du gâteau. Cette approximation a deux inconvénients :

- le premier est la nécessité de connaître la puissance appliquée au gâteau,
- le deuxième une interprétation trop simple de la répartition de la puissance, sans prendre en compte l'atténuation du champ et de la permittivité du produit.

2.4.5 Champ électrique

La détermination du champ électrique basée sur les équations de Maxwell est un point non abordé dans la littérature à notre connaissance. Cette partie va présenter les simplifications imposées par différents auteurs pour modéliser le champ électrique.

La modélisation de \vec{E} faite par Perré et Moyne [PM91] considère le champ électrique comme uniforme à l'intérieur du produit en raison de sa faible épaisseur (*demi-épaisseur* $\leq 1cm$). Cette approximation peut générer une considérable erreur dans les milieux avec des teneurs en eau élevées, en raison de l'atténuation du champ dans l'eau et la répartition non uniforme générée. La modélisation faite par Wang et al. [WMC11] et Chen et Schmidt [CS90] prend aussi la valeur de champ électrique comme constante dans tout le volume et les différents produits.

2.4.6 Permittivité complexe

La détermination de la permittivité complexe ($\epsilon = \epsilon' + j\epsilon''$) est un point crucial dans l'étude du séchage micro-ondes. La permittivité complexe va décrire le comportement du matériau sous un champ électromagnétique et sa capacité à chauffer.

La permittivité complexe de chaque matériau est dépendante du caractère dipolaire des molécules, de l'organisation moléculaire de la matière et de la fréquence du champ électromagnétique. La température conditionne de façon générale l'organisation moléculaire de la matière, notamment dans les transitions de phase. Pour cette raison elle influence fortement les propriétés diélectriques des matériaux.

Pour déterminer la permittivité complexe du matériau (ϵ' et ϵ''), il existe diverses méthodes de mesure, que l'on peut regrouper en deux catégories : utilisation de lignes de transmission coaxiales et analyse des perturbations d'une cavité résonnante dues à l'introduction d'un échantillon de matière.

L'analyse de la permittivité de l'eau mérite une analyse en profondeur, en raison de sa capacité à être chauffée sous un champ micro-ondes et en raison de son comportement différent selon son état et sa température.

Aussi les modèles diélectriques de sols partiellement saturés en l'eau vont être analysés, pour tester leurs capacités à prédire l'évolution de la permittivité complexe des gâteaux de filtration avec la teneur en eau.

2.4.6.1 Méthodes de mesure de la permittivité complexe

Le méthode de mesure diélectrique pour déterminer la permittivité réduite d'un matériau dépend de différents facteurs : fréquence à laquelle on fait la mesure, forme du produit, volume et état du produit (solide, liquide)...

Les méthodes de mesure de la permittivité complexe sont basées sur les mesures sur deux types de conduites de champ électromagnétiques : dans les guides rectangulaires et dans les lignes coaxiales.

Le méthode des guides rectangulaires repose sur la perturbation d'une cavité résonnante dans laquelle l'échantillon est placé au niveau d'un maximum de champ électrique.

La méthode des lignes coaxiales est basée sur la perturbation des lignes de champ situées dans le plan de discontinuité d'une ligne coaxiale ouverte, qui est plongée dans le matériau (liquide) ou avec un contact parfait avec le matériau (solide) [Abb95].

La précision des mesures faites avec ces différentes techniques de mesure de la permittivité complexe est discutable. Il y a des imprécisions de me-

sures non négligeables, qui varient selon le type de mesure, mais aussi selon l'appareil ou les conditions d'utilisation de l'appareil.

Méthode de mesure de capteur coaxiale à extrémité ouverte :

La méthode est basée sur la mesure du coefficient de réflexion complexe, à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel. L'explication détaillée de la méthode est faite dans le deuxième chapitre de la thèse d'Abbas [Abb95].

Cette technique permet de mesurer la permittivité complexe des matériaux solides, liquides ou pâteux, sans la nécessité de leurs donner une forme précise par usinage. Si le matériaux est solide, la surface de mesure doit avoir un bon état de surface, afin d'assurer un contact sans lame d'air avec la sonde.

L'échantillon à étudier doit avoir un volume et une épaisseur suffisants, pour que les lignes du champ générées à l'extrémité de la sonde restent confinées à l'intérieur du matériau.

L'utilisation de cette sonde est simple et rapide, la mesure est quasi instantanée. Le balayage de la sonde permet de trouver des inhomogénéités de permittivité dans le matériau. Elle peut être utilisée pour mesurer les variations de la permittivité complexe des matériaux qui présentent des évolution d'état physique ou chimique (exemple : matériaux avec polymérisation).

La méthode de capteur coaxiale à extrémité ouverte repose sur une approximation, l'exploitation d'une trop large gamme de fréquences pour un seul étalonnage peut donner de mauvais résultats [Abb95]. De plus cette méthode de mesure est réservé aux fréquences supérieures à 200 MHz.

2.4.6.2 Permittivité diélectrique de l'eau

La molécule d'eau est hautement asymétrique et elle présente une polarité exceptionnelle, qui fait qu'elle est le matériau idéal pour le chauffage par micro-ondes. L'eau présente dans les milieux poreux peut avoir différentes formes : eau libre, glace ou eau liée. L'eau libre peut être confinée dans les pores ou étalée en couche mince sur une surface solide, dont les propriétés peuvent être différentes de celles de l'eau pure non confinée [Thu89]. Le graphique (Figure 2.13) montre la valeur réelle de la permittivité complexe (ϵ') pour différentes fréquences pour l'eau libre, l'eau liée et la glace [Has73].

La fréquence de relaxation de l'eau libre est de 10GHz, fréquence pour laquelle les pertes diélectriques (partie imaginaire de $\epsilon = \epsilon' + \epsilon''$) sont maximales, mais l'eau libre présente encore de très fortes pertes dans les bandes

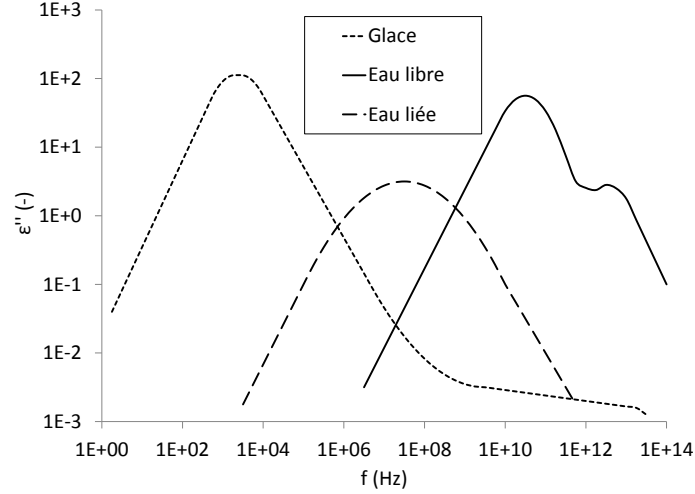


FIGURE 2.13 – Différentes valeurs de permittivité complexe pour les différents états de l'eau, d'après [Has73]

ISM d'usage industrielles (915MHz et 2,45GHz). Les matériaux poreux humides présentent une série de fréquences de relaxation correspondant aux divers états de l'eau dans sa structure [Thu89]. Pour les matériaux poreux avec la majeure partie de l'eau en état liée la fréquence de relaxation est de quelques dizaines de méga hertz. Par contre, si l'eau contenue dans le matériau est majoritairement libre, la fréquence de relaxation sera de l'ordre de la dizaine de giga Hertz. En raison de ce phénomène, dans les applications industrielles, quand il y a une majorité d'eau libre, les fréquences utilisées vont vers les micro-ondes. Par contre, quand l'eau est majoritairement liée, les fréquences utilisées vont vers les hautes fréquences (RF).

Les valeurs de permittivité complexe de l'eau ont aussi une forte dépendance avec la température. Différents auteurs ont mesuré la permittivité complexe de l'eau. Dans la thèse de Lamkaouchi [Lam92], une synthèse très complète de données expérimentales de la littérature est proposée à partir d'articles publiés jusqu'à 1991. Aussi, ils ont interpolés ces données pour représenter la permittivité complexe de l'eau pure dans les intervalles de température de $0 \leq T \leq 60^\circ C$ et de fréquence de $0 \leq f \leq 71GHz$, (Figure 2.14 et 2.15). Ces valeurs de permittivité complexe seront comparées avec les mesures de permittivité diélectrique qui ont été obtenues dans le cadre de ce travail avec de l'eau déminéralisée.

2.4.6.3 Modèles diélectriques de sols humides

Dans la littérature il existe de nombreux modèles plus ou moins précis pour caractériser la permittivité diélectrique des sols humides en fonction de la teneur en eau. Un de ces modèles décrit ci-dessous sera utilisé pour décrire les propriétés diélectriques de gâteaux de filtration. Les résultats du modèle qui seront présentés plus loin montreront un bon accord avec les valeurs expérimentales.

Modèle de Wang et Schmugge :

Un modèle empirique simple est proposé pour décrire la permittivité complexe d'un sol partiellement saturé [WS80]. Les mesures réalisées par les auteurs montrent que les propriétés diélectriques des sols humides dépendent du type de sol. Ils ont observé que les propriétés diélectriques du sol humide évoluent peu avec la teneur en eau jusqu'à un point de transition, et qu'après ce point de transition elles évoluent fortement.

Les auteurs ont montré que le point de transition est dépendant du type de sol, c'est à dire des liaisons l'eau et le sol (eau liée, eau libre ...). Ils ont développé une relation empirique pour relier le point de transition avec le point de flétrissement permanent des sols (ou *wilting point* en anglais), qui permet de définir le point de transition.

Le modèle utilise la permittivité complexe : de l'eau, de la glace, du solide et de l'air, pour calculer la permittivité complexe équivalente du milieu selon la teneur en eau. Pour des valeurs de teneur en eau inférieures au point de transition de teneur en eau, la permittivité complexe de la glace permet de bien représenter le comportement de l'eau liée.

Le modèle décrit correctement l'évolution de la permittivité complexe avec la teneur en eau.

Modèles basés sur les indices de réfraction :

Dans la littérature différents auteurs ont développé des modèles diélectriques pour les sols humides, qui sont calculés à partir des indices de réfraction et qui sont valides dans la bande de fréquence des micro-ondes.

Hallikainen et al. [HUD⁺85] ont développé un modèle empirique que Dobson et al. [DUHER85] ont reconverti dans un modèle théorique ou semi empirique, qui est très utilisé dans le calcul de la permittivité complexe des sols. Le modèle est dépendant de la teneur en eau et de la texture du sol. Le modèle a été validé par les auteurs pour 5 sols différents. Plusieurs travaux

2. ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

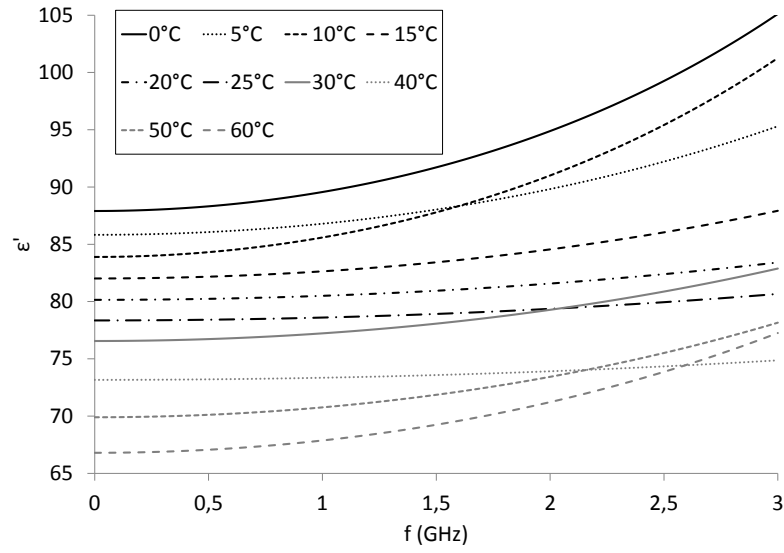


FIGURE 2.14 – Partie réelle de la permittivité complexe de l'eau en fonction de la fréquence, pour différentes températures, d'après 2.14

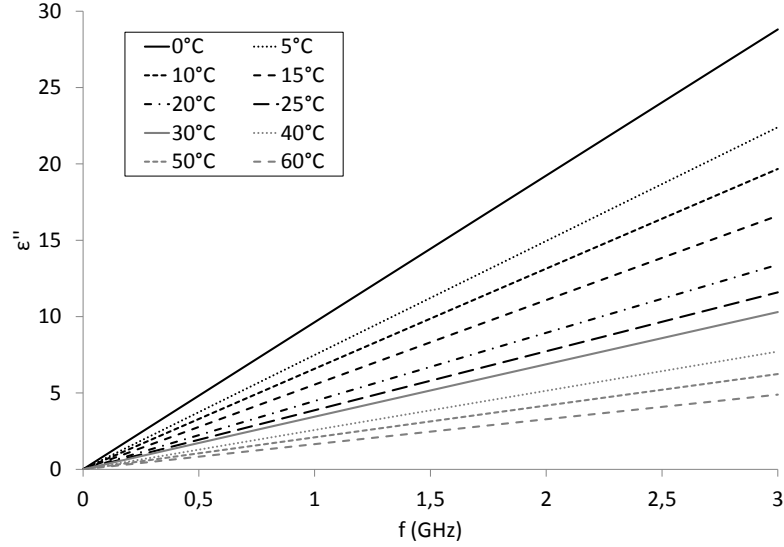


FIGURE 2.15 – Partie imaginaire de la permittivité complexe de l'eau en fonction de la fréquence, pour différentes températures, d'après 2.15

de la littérature ont utilisé ce modèle pour représenter différents sols avec des résultats satisfaisants.

Mironov et al. ont développé ces dernières années des modèles diélectriques qui prennent en compte la texture, la minéralogie et pour certains la température des sols [MKF09], [MF09] et [MKW⁺13]. Ils ont comparé leurs modèle au modèle de Hallikainen et Dobson et les erreurs de prédictions sont du même ordre de grandeur.

Chapitre 3

Détermination des paramètres caractéristiques de la filtration et de l'essorage

Les difficultés expérimentales pour caractériser un gâteau formé dans une essoreuse sont importantes parce que la rotation du panier rend difficile la mesure. La caractérisation du gâteau passe alors par des essais sur des dispositifs *ad hoc* (CCP, CFC) pour obtenir les données de compression et ainsi remonter, via une représentation des efforts exercés sur le gâteau dans la centrifugeuse, à sa structure.

Dans ce chapitre, on cherchera à montrer comment, en exploitant les données issues d'un essai de filtration et d'essorage dans une essoreuse, il est possible de déterminer les propriétés caractéristiques du gâteau, relatives à la filtration et au drainage centrifuges. Les différentes méthodes qui sont présentées proviennent des travaux de B.Léger ([Leg08]). La caractérisation du gâteau repose sur l'acquisition de données indirectement liées à une grandeur décrivant une propriété du gâteau et en utilisant une méthode adaptée obtenir une estimation de la grandeur d'intérêt, comme l'indique la Figure 3.1.

La description du gâteau de filtration est basée sur le modèle développé par Wakeman et Vince et modifié par B.Léger ([Leg08]). Il est, entre autre supposé que :

- le gâteau est incompressible et homogène,
- le média filtrant conserve une résistance hydraulique constante tout au long de la séparation,
- le concept de Darcy généralisé est applicable (pression capillaire, per-

3. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES

- méabilité relative),
- au cours de l'essorage, la phase gazeuse n'a qu'un rôle passif (pression de gaz homogène et égale à la pression atmosphérique).

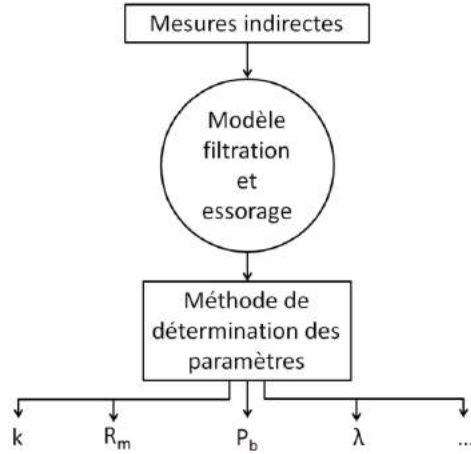


FIGURE 3.1 – Représentation schématique de la démarche de détermination expérimentale de paramètre

Le jeu de paramètres qui permet de décrire la filtration et l'essorage centrifuges est listé dans le Tableau 3.1.

paramètre	définition
k	perméabilité du gâteau
R_m	résistance hydraulique du média filtrant
ϵ	porosité du gâteau
λ	indice de distribution de taille de pore
p_b	pression d'entrée
$S_{l\infty}$	saturation irréductible

Tableau 3.1 – liste des paramètres accessibles expérimentalement

3.1 Détermination de la résistance hydraulique du gâteau

Il est possible de déterminer la résistance hydraulique du gâteau en déterminant le débit de filtrat initial. En effet, aux premiers instants de la filtration, la quantité de solides accumulée à la surface du média filtrant est négligeable et le débit de filtrat est relié à la résistance du média filtrant par :

$$\frac{q}{2\pi r_o H} = \frac{1}{\mu R_m} (p_{lm} - p_o) \quad (3.1)$$

en admettant que le champ de pression dans l'anneau liquide corresponde à un champ statique et qu'initialement les effets de sédimentation sont négligeables, il vient :

$$p_l = \frac{1}{2} \rho_{sus} \omega^2 (r^2 - r_l^2) + p_o \quad (3.2)$$

la pression liquide au niveau du média filtrant s'exprime alors par :

$$p_{lm} = \frac{1}{2} \rho_{sus} \omega^2 (r_o^2 - r_l^2) + p_o \quad (3.3)$$

on en tire l'expression du débit de filtrat, valable tant que l'accumulation de particules sur le média filtrant n'influence pas la perméation à travers la toile :

$$q = \frac{2\pi r_o H}{\mu R_m} \left(\frac{1}{2} \rho_{sus} \omega^2 (r_o^2 - r_l^2) \right) \quad (3.4)$$

on peut alors exprimer la résistance du média filtrant en fonction du rayon d'anneau liquide et du débit de filtrat :

$$R_m = \frac{2\pi r_o H}{\mu q} \left(\frac{1}{2} \rho_{sus} \omega^2 (r_o^2 - r_l^2) \right) \quad (3.5)$$

il est plus avantageux de déterminer la résistance du média filtrant à partir des données de position d'anneau liquide, sans faire intervenir le débit de filtrat difficile à mesurer aux premiers instants. On écrit alors un bilan sur le volume de matière dans le bol :

$$-2\pi H \frac{dr_l^2}{dt} = q_o - q \quad (3.6)$$

en injectant l'expression (3.6) dans l'équation (3.5), il vient :

$$\frac{dr_l^2}{dt} = \frac{r_o}{\mu R_m} \frac{1}{2} \rho_{sus} \omega^2 (r_o^2 - r_l^2) - \frac{q_o}{2\pi H} \quad (3.7)$$

3. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES

la résolution de l'équation différentielle (3.7) ne pose pas de difficulté. On obtient ainsi l'évolution du rayon d'anneau liquide au tout début de la filtration, lorsque l'accumulation des particules solides est encore négligeable :

$$r_l = \sqrt{r_o^2 - \frac{q_o \mu R_m}{\pi H r_o \rho_{sus} \omega^2} \left[1 - \exp \left(-\frac{r_o}{\mu R_m} \frac{1}{2} \rho_{sus} \omega^2 t \right) \right]} \quad (3.8)$$

les données de position de l'anneau liquide (mesuré grâce au capteur de distance ultrasons, section 4.6.2) aux premiers instants de la filtration, qui conduisent aux valeurs de $r_l(t)$, permettent, par identification, en utilisant la relation 3.8, d'obtenir une estimation de R_m .

3.2 Détermination de la perméabilité du gâteau

La perméabilité du gâteau est obtenue en exploitant les données de position de l'anneau liquide pendant la phase de perméation, une fois le gâteau formé. Le débit de filtrat s'exprime alors sous la forme suivante, en supposant le gâteau incompressible [Bor86] :

$$q = \frac{2\pi H}{\mu} \frac{\frac{1}{2} \rho_l k \omega^2 (r_o^2 - r_l^2)}{\ln \left(\frac{r_o}{r_g} \right) + \frac{k R_m}{r_o}} \quad (3.9)$$

en combinant l'équation (3.9) avec l'équation de conservation du volume de matière dans le panier (3.6), on obtient une équation différentielle ordinaire dont la solution donne l'évolution de l'anneau liquide pendant la perméation :

$$r_l = \sqrt{2r_o^2 - \left(2r_o^2 - r_{l_{ini}}^2 \right) \exp(-At) + \frac{q_o}{2A\pi H} (\exp(-At) - 1)} \quad (3.10)$$

où $A = \frac{\frac{1}{2} \rho_l k \omega^2}{\mu \left(\ln \left(\frac{r_o}{r_g} \right) + \frac{k R_m}{r_o} \right)}$ et $r_{l_{ini}}$ le rayon liquide initial utilisé pour le calcul.

À partir des données expérimentales relevées pour la position de l'anneau, on identifie avec la relation (3.10) la perméabilité du gâteau.

3.3 Détermination de la porosité du gâteau

La porosité du gâteau se fait par détermination du volume de pore divisé par le volume total. Le volume total doit être mesuré et pour calculer le volume de pore, le volume de la poudre est calculé en utilisant la masse volumique et la masse de la poudre dans le gâteau.

$$\epsilon = \frac{V_{pore}}{V_{total}} = \frac{V_{total} - V_{poudre}}{V_{total}} = \frac{V_{total} - \left(\frac{m_{poudre}}{\rho_{poudre}}\right)}{V_{total}} \quad (3.11)$$

La porosité peut être calculée dans un volume représentatif du gâteau ou bien dans tout le gâteau.

3.4 Détermination de la pression d'entrée

Pour obtenir la pression d'entrée p_b , on remarque qu'au moment où l'essorage débute, la pression liquide chute abruptement de la pression atmosphérique p_o à $p_o - p_b$ comme l'ont souligné Neninger et Storrow [NS58]). Il en résulte que le débit initial au début de l'essorage peut s'exprimer par :

$$q_{ini} = \frac{2\pi H}{\mu} \frac{\frac{1}{2}\rho_l \omega^2 (r_o^2 - r_g^2) - p_b}{\left\{ \frac{\ln\left(\frac{r_o}{r_g}\right)}{k} + \frac{R_m}{r_o} \right\}} \quad (3.12)$$

on utilise aussi un bilan sur le volume de liquide dans le gâteau au tout début du drainage choisi comme instant initial. Il vient :

$$\frac{\partial W}{\partial t} \Big|_{t=0} = - \frac{\rho_l q_{ini}}{\rho_s \pi H (1 - \epsilon) (r_o^2 - r_g^2)} \quad (3.13)$$

où W est la teneur en eau base sèche du gâteau. En combinant les équations (3.12) et (3.13), on peut exprimer la pression d'entrée à partir de la pente initiale de la teneur en eau moyenne du gâteau :

$$p_b = (r_o^2 - r_g^2) \left\{ \rho_l \omega^2 + \frac{\rho_s}{\rho_l} \mu (1 - \epsilon) \frac{\partial W}{\partial t} \Big|_{t=0} \left[\frac{\ln\left(\frac{r_o}{r_g}\right)}{k} + \frac{R_m}{r_o} \right] \right\} \quad (3.14)$$

ainsi, la mesure de la masse de filtrat instantanée permet-elle de déterminer la teneur en eau du gâteau en cours d'essorage, ce qui, en appliquant la relation (3.14) permet de donner une estimation de la pression d'entrée du gâteau.

3.5 Détermination de la saturation irréductible et de l'indice de distribution de taille de pore

Léger ([Leg08]) a déterminé l'expression de la saturation locale dans le gâteau à l'équilibre. Celle-ci fait apparaître une zone insaturée à proximité

3. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES

de la surface du gâteau (pour un rayon inférieur au rayon capillaire r_{cap}) et une zone saturée (pour $r > r_{cap}$) appelée « pied capillaire ». L'expression du rayon capillaire déterminée par Léger ([Leg08]) est donnée par :

$$r_{cap} = \sqrt{r_0^2 - \frac{2p_b}{\rho_l \omega^2}} \quad (3.15)$$

et la distribution de saturation à l'équilibre s'exprime alors sous la forme :

si $r \leq r_{cap}$

$$S_l = S_{l\infty} + (1 - S_{l\infty}) \left(\frac{p_b}{\frac{1}{2}\rho_l \omega^2 (r_0^2 - r^2)} \right)^\lambda \quad (3.16)$$

si $r > r_{cap}$

$$S_l = 1 \quad (3.17)$$

à partir de la distribution de saturation d'équilibre dans le gâteau, il est facile d'obtenir l'expression de la saturation moyenne d'équilibre à partir de laquelle on peut calculer la teneur en eau moyenne d'équilibre :

si $\lambda \neq 1$:

$$\langle S_l \rangle_{eq} = \frac{(r_0^2 - r_{cap}^2) + S_{l\infty} (r_{cap}^2 - r_g^2) + (1 - S_{l\infty}) \left(\frac{p_b}{\frac{1}{2}\rho_l \omega^2} \right)^\lambda \left[\frac{(r_0^2 - r_g^2)^{1-\lambda} - (r_0^2 - r_{cap}^2)^{1-\lambda}}{1-\lambda} \right]}{r_0^2 - r_g^2} \quad (3.18)$$

si $\lambda = 1$:

$$\langle S_l \rangle_{eq} = \frac{(r_0^2 - r_{cap}^2) + S_{l\infty} (r_{cap}^2 - r_g^2) + (1 - S_{l\infty}) \left(\frac{p_b}{\frac{1}{2}\rho_l \omega^2} \right) \left[\ln \left(\frac{r_0^2 - r_g^2}{r_0^2 - r_{cap}^2} \right) \right]}{r_0^2 - r_g^2} \quad (3.19)$$

avec :

$$W_{eq} = \frac{\rho_l \epsilon}{\rho_s (1 - \epsilon)} \langle S_l \rangle_{eq} \quad (3.20)$$

les tests d'essorage ont été poursuivis suffisamment longtemps pour s'approcher de l'équilibre capillaro-centrifuge (limite de l'essorage). Expérimentalement, en fin d'essai, on détermine la teneur en eau du gâteau qui doit être proche de la teneur en eau d'équilibre. On en déduit la saturation moyenne d'équilibre du gâteau. On cherche alors par un ajustement déterminer les valeurs de saturation irréductible $S_{l\infty}$ et l'indice de distribution de taille de pore λ .

Il est important de noter que la valeur de saturation irréductible, dans le modèle d'essorage, n'affecte pas la cinétique de désaturation du gâteau alors

que l'indice de distribution de taille de pore influence fortement la façon dont le gâteau va se désaturer. De fait, l'ajustement des deux paramètres $S_{l\infty}$ et λ au travers de la relation (3.18) ou (3.19) et des cinétiques de désaturation expérimentales et calculées conduit-elle à un seul jeu de paramètres optimisés.

Chapitre 4

Développement du pilote expérimental

Une partie importante de ce travail a été la conception, le développement et l'instrumentation d'un dispositif expérimental permettant l'analyse du procédé d'essorage centrifuge couplé à un apport thermique par micro-ondes. Le pilote semi-industriel a été développé à partir d'un dispositif expérimental existant à l'IFTS en partie développé pour la thèse de Bérengère Léger [Leg08].

Les principaux domaines de développement du pilote ont été :

- l'amélioration du pilote existant du point de vue de la filtration et de l'essorage,
- l'adaptation de la machine pour la mise en œuvre des micro-ondes,
- le développement d'un système optimal d'extraction de la vapeur générée au cours du séchage,
- l'instrumentation complète du pilote pour pouvoir analyser la filtration, l'essorage et le séchage par micro-ondes.

4.1 Dispositif expérimental dans son état initial

Le pilote semi-industriel développé pendant la thèse de B. Léger [Leg08] a été conçu autour d'uneessoreuse centrifuge Robatel. Le dispositif expérimental était partiellement instrumenté pour analyser le procédé de filtration et d'essorage. En revanche, ce type de dispositif n'est, à l'origine, pas conçu pour réaliser une opération de séchage. Il ne dispose donc pas de mode d'apport de chaleur ou de système de mesure dédié au suivi de la cinétique de déshydratation. Nous analyserons l'état de la machine ses possibilités et nous définirons les modifications qui devront être mise en œuvre pour suivre, contrôler et piloter les 3 étapes clefs, formation du gâteau, essorage et séchage du produit. L'idée maitresse du projet étant de coupler les 2 dernières afin d'optimiser les consommations énergétiques.

L'élément principal du dispositif expérimental est une centrifugeuse à axe vertical Robatel de 1984, avec un panier de : 320 mm de diamètre, 200 mm de hauteur, $8,5\text{ l}$ de volume utile. Elle offre la possibilité de former des gâteaux d'épaisseurs variables allant jusqu'à 40 mm d'épaisseur. La vitesse de rotation peut varier entre 0 et 4000 tr/min en générant une accélération maximale de 2600 g .



(a) Vue globale



(b) Vue du carter

FIGURE 4.1 – Centrifugeuse semi-industrielle Robatel modèle 1984

État initial de l'instrumentation du dispositif :

Le travail de B. Léger a eu pour objectif d'instrumenter le dispositif pour analyser les procédés de filtration et d'essorage. Un système original a été développé, il permet de faire un bilan de masse entre la suspension qui rentre et le filtrat qui sort du panier de filtration. Grâce à cet outil, les paramètres permettant de décrire la filtration et l'essorage d'un gâteau peuvent être estimés à partir des données collectées au cours d'un essai.

Pour avoir une deuxième détermination du bilan de masse instantané pendant la phase de filtration, un système de mesure de la position de l'anneau liquide pendant la phase de filtration a été mis en place. Un stroboscope, synchronisé à la vitesse de rotation de la machine (*Modèle Perkin Elmer MVS-5000* avec une durée des flashes de $20\ \mu s$), permet la lecture de la position de l'anneau liquide au moyen d'une règle fixée au fond du panier (lecture visuelle de l'opérateur).

Un Tachymètre composé d'un détecteur de contraste à fibre optique (*Dinel DCF 966 S* avec fréquence à $20\ kHz$) détecte le passage d'une ligne tracée sur l'axe de la machine. À partir de cette mesure, la vitesse de rotation de la centrifugeuse est calculée. Cette mesure est essentielle dans les différentes phases du procédé, car c'est elle qui permet le calcul de la force centrifuge.

Dispositif initial d'application des micro-ondes :

Le générateur micro-ondes choisi durant la thèse de B. Léger était un matériel fourni par la société Sairem (*Sairem GMP 12KSM B*), fonctionnant à $2,45\ GHz$ et disposant d'une puissance de $1200\ W$. Cependant, la centrifugeuse n'était pas conçue pour permettre simultanément la mise en œuvre d'un champ électromagnétique et une rotation du panier. En effet, durant l'étape de filtration, la formation de l'anneau liquide entraîne des vibrations importantes qui peuvent conduire à un endommagement irréversible du générateur micro-ondes (*i.e.* casse du filament du magnétron). Pour éviter ce problème, un second couvercle, sur lequel a été disposé le générateur micro-ondes, devait être mis en place pour effectuer le séchage, une fois effectuées les opérations de filtration et d'essorage (Figure 4.2).

Cette solution faisant intervenir deux couvercles était incompatible avec l'étude du couplage des procédés d'essorage et de séchage par micro-ondes. En effet, pendant l'arrêt de la machine, l'équilibre capillaire peut induire une redistribution de l'eau dans le gâteau, ce que l'on cherche à éviter.

Enfin, le dispositif expérimental dans sa version initiale n'était pas ins-

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

trumenté pour pouvoir suivre le procédé de séchage.

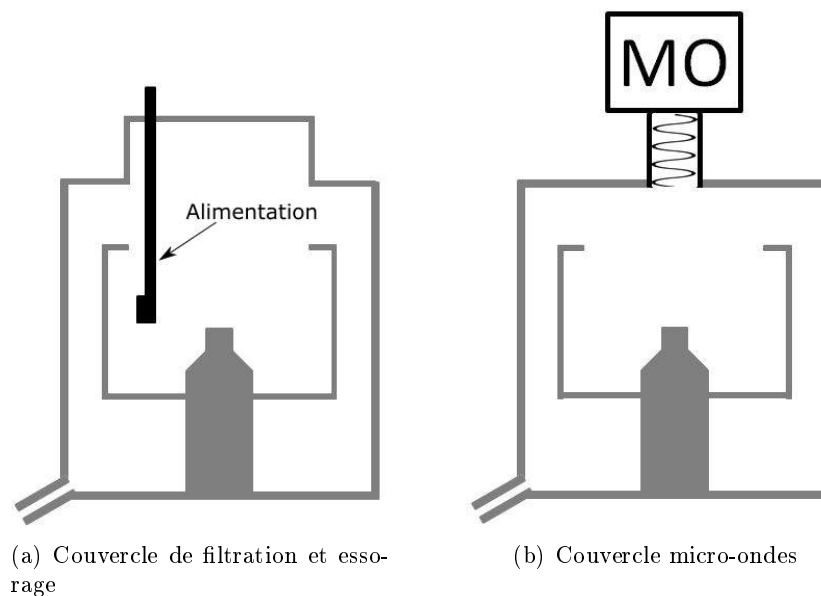


FIGURE 4.2 – Système de deux couvercles de la centrifugeuse dans la configuration antérieure

Problèmes de formation d'un gâteau d'épaisseur constante :

En premier lieu, la formation d'un gâteau d'épaisseur constante dans le panier nécessite que soient réunies plusieurs conditions :

- la toile filtrante doit être parfaitement adaptée et fixée au panier,
- si la toile fait apparaître des coutures, celles-ci doivent être réalisées de façon à ne pas laisser passer des particules solides,
- le système d'alimentation doit distribuer la suspension de façon parfaitement homogène sur toute la hauteur du panier.

Le dernier point a été abordé par B. Léger [Leg08] au cours de sa thèse. Un système de buse tournante a été élaboré permettant une bonne répartition des solides sur la hauteur du panier. Cependant, des contraintes sur les produits (abrasion) et sur les débits (rotation des buses, plage de débits limitée) ont amené à étudier d'autres solutions techniques.

Concernant la toile de filtration, le panier de l'essoreuse était muni d'un système de gorges sur les parties supérieure et inférieure permettant de fixer la toile par le biais de tresses souples insérées en force dans les gorges (Figure

4.3). En plus de la difficulté de changement de toile, ce système impliquait une zone de recouvrement de la toile induisant une sur-épaisseur. Par ailleurs, les déformations observées sur les gâteaux obtenus montraient que des particules solides pouvaient traverser la toile filtrante au niveau des gorges et au niveau de la zone de recouvrement de la toile.

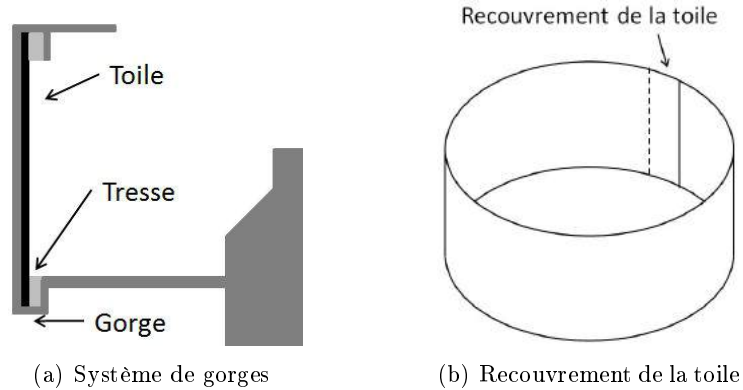


FIGURE 4.3 – Système initial de fixation de la toile filtrante dans le panier

4.2 Cahier des charges du nouveau dispositif

L'étude que l'on se propose de réaliser consiste en un couplage de l'opération d'essorage avec un apport thermique par micro-ondes. Cependant le dispositif existant ne permet pas de réaliser ces deux opérations dans des conditions satisfaisantes (*i.e* risque de détérioration du générateur micro-ondes, réorganisation possible de l'eau dans le gâteau ...). Par ailleurs il est important d'optimiser l'étape de filtration afin d'obtenir une meilleure répétabilité du gâteau (e.g. épaisseur, régularité).

Enfin, un des objectifs du travail est de mettre en évidence l'intérêt du couplage de procédé en terme de temps, de qualité finale du produit mais aussi et surtout, de consommation énergétique.

Une instrumentation dédiée doit être mise en place afin de suivre l'ensemble des étapes du procédé et de piloter de manière répétable chaque opération.

Améliorations nécessaires à apporter au pilote :

Pour améliorer le fonctionnement du pilote au niveau de la formation du gâteau et pour obtenir des gâteaux d'épaisseur constante, deux améliorations

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

ont été prévues :

- **Buse d'alimentation autorisant une plage de débit plus large** : afin de s'adapter aux conditions de formation de gâteaux formés à partir de différents produits,
- **Utilisation d'une poche filtrante** : une poche filtrante plus étanche aux particules solides et plus pratique à utiliser permettra de faciliter le travail expérimental.

Éléments essentiels pour la mise en œuvre des MO :

Le dispositif expérimental précédent n'était pas compatible avec l'utilisation des micro-ondes. Pour pouvoir analyser l'essorage assisté par micro-ondes, différentes améliorations ont dû être apportées au pilote :

- **Application des micro-ondes pendant les différents phases du procédé** : en ayant pour objectif d'analyser le couplage de l'essorage avec un apport de chaleur par micro-ondes, il est essentiel d'avoir la possibilité d'appliquer l'énergie micro-ondes aux différents instants de la phase d'essorage. Pour éviter le risque d'endommagement de la tête micro-ondes par des vibrations de la centrifugeuse, le magnétron va être désolidarisé de l'essoreuse,
- **Instrumentation du pilote compatible avec les micro-ondes** : l'instrumentation nécessaire pour comprendre les phénomènes physiques à chaque étape du procédé devra être compatible avec le champ électromagnétique intense à l'intérieur du carter. L'électronique des capteurs doit être protégée de ce champ (*i.e.* électronique déportée et mise en place de piège à ondes),
- **Système d'extraction de vapeur** : un système d'extraction de la vapeur générée pendant la phase d'apport d'énergie par micro-ondes est fondamental, ce système doit être bien conçu pour balayer toute la cavité de la centrifugeuse afin d'extraire au mieux la vapeur tout en ne pénalisent pas l'apport de chaleur (*i.e.* sans trop refroidir le gâteau).

Instrumentation à mettre en place :

Le nouveau dispositif a besoin de systèmes de mesure pour :

- **Bilan de matière** : la principale amélioration à apporter à l'instrumentation du procédé de filtration et essorage est l'implantation d'un capteur qui mesure en continue (dans la thèse de Léger, les mesures du stroboscope étaient ponctuelles) et qui permette de suivre la position de la surface de l'anneau liquide dans la phase de filtration, pour pou-

voir valider le bilan de masse effectué au moyen du système de double pesée,

- **Analyse de l'essorage assisté par MO** : le dispositif expérimental requiert une instrumentation complète pour permettre de comprendre les phénomènes physiques mis en jeu. Il doit également avoir la capacité de mettre en évidence, s'il y a lieu, le couplage de l'essorage avec l'apport thermique par micro-ondes,
- **Analyse de la consommation énergétique** : un dispositif de mesure de consommation d'énergie est nécessaire pour quantifier la consommation d'énergie du dispositif. Il doit permettre une mesure précise de chaque élément du dispositif final : générateur micro-ondes, centrifugeuse et système d'extraction,
- **Système de pilotage et acquisition** : le pilotage du dispositif dans sa version antérieure était quasi manuelle et l'enregistrement des mesures n'était pas complet. Un système de pilotage de l'ensemble centrifugeuse micro-ondes et de traitement des données est nécessaire pour analyser les essais et garantir la répétabilité des essais.

4.3 Améliorations du pilote existant

Le nouveau dispositif doit être pourvu de deux améliorations essentielles : la possibilité de réaliser des essais sur une large plage de débit et une toile filtrante ne présentant pas de passages préférentiels.

4.3.1 Système d'alimentation de la suspension

Le système d'alimentation développé pour réaliser des essais dans une large plage de débit est composé d'une pompe à vitesse de rotation variable grâce à un variateur de fréquence relié à un système de pulvérisation qui injecte la suspension dans le panier en rotation (Figure 4.4).

Ce système est conçu pour pulvériser la suspension contre la toile filtrante sur toute la hauteur du panier. La buse de pulvérisation est placée à mi-hauteur du panier. Le système peut tourner également sur son axe, un changement de la position angulaire de la buse d'alimentation va changer la distance entre la buse et le panier (car le panier et le système de pulvérisation ne sont pas coaxiaux). En conséquence, la hauteur de panier sur laquelle la pulvérisation s'effectue change lorsque l'anneau liquide évolue (Figure 4.5 a et b). En effet, durant la filtration, la position de la surface de l'anneau liquide évolue avec le temps, la distance entre la surface de l'anneau liquide et la buse d'alimentation va elle aussi évoluer (Figure 4.5 b et c).

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

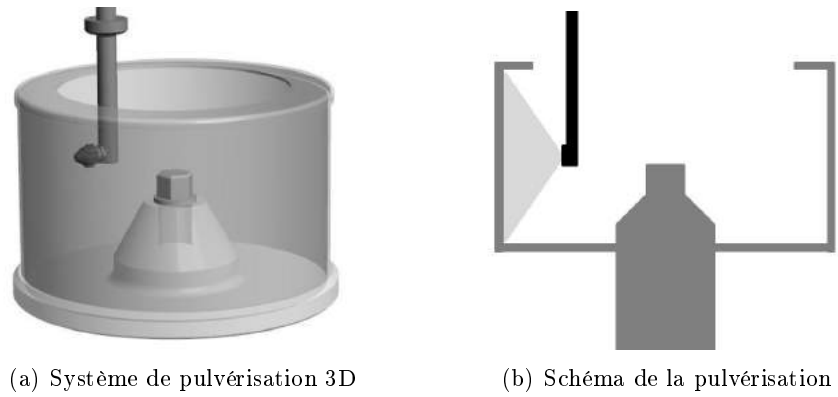


FIGURE 4.4 – Détails du système d'alimentation en suspension

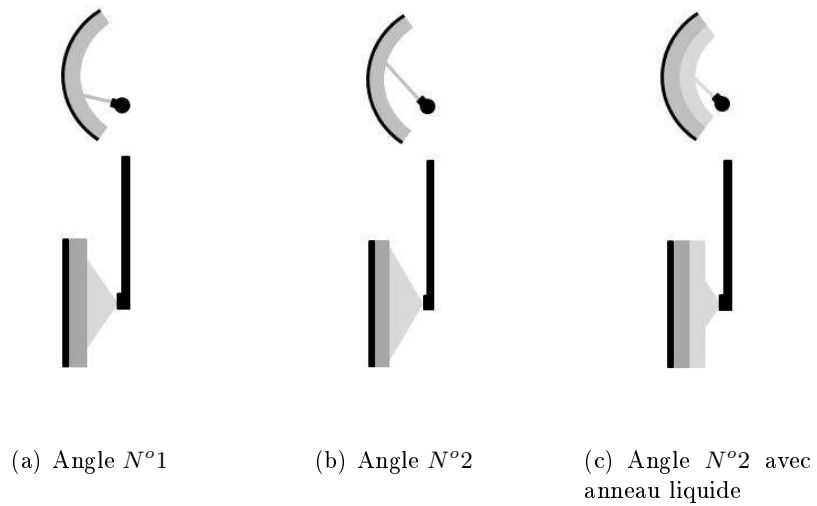


FIGURE 4.5 – Système de pulvérisation de la suspension

De ce fait, la pulvérisation ne pourra être homogène sur la hauteur du panier si la position angulaire de la buse n'est pas réglée par rapport à la position de l'anneau liquide. La position fixe du système d'alimentation conduisant au gâteau le plus plat sera retenue.

Pour pouvoir avoir une large plage de débits d'alimentation, deux réglages sont possibles : adaptation du type de buse ou réglage du débit d'alimentation par variation de la vitesse de la pompe.

Sur le dispositif d'alimentation qui a été conçu, 7 buses d'alimentation différentes peuvent s'adapter. Ceci permet d'utiliser une gamme de débit de 0 à 400 *kg/h*.

4.3.2 Toile filtrante

Le passage d'une toile de filtration à une poche de filtration (Figure 4.6) a été motivé par plusieurs points. La nouvelle poche de filtration doit surtout résoudre les problèmes de passages préférentiels de suspension par les singularités de la toile (coutures et plis). Par ailleurs, sa mise en place et son nettoyage doivent être simplifiés.

La poche de filtration proposée dans un premier temps par Rousselet-Robatel présentait des coutures pour assembler les différentes parties.

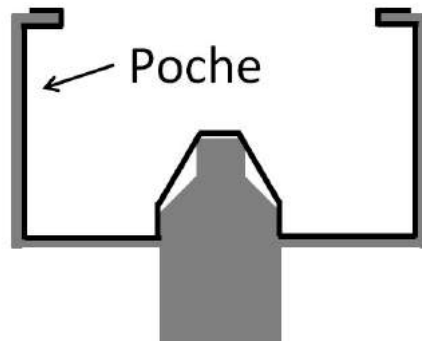


FIGURE 4.6 – Schéma de la poche de filtration

Les essais de validation des poches ont montré de nombreux passages préférentiels conduisant à l'obtention d'un filtrat très trouble. Après observation et analyse, les passages préférentiels étaient dus au fond de poche réalisé dans un tissu différent et aux coutures.

Différentes options pour étancher le fond de toile et les coutures ont été testées. La thermo-soudure a été retenue comme l'option la plus appropriée

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

(c'est la technologie utilisée pour concevoir les poches de filtration de taille industrielle). Cette option est seulement partiellement applicable, en raison de la difficulté à réaliser les soudures sur de petits diamètres (faibles rayons de courbure).

La seconde option pour étancher les passages préférentiels a été l'imperméabilisation. Après avoir essayé différents produits et étudié leurs propriétés par rapport aux micro-ondes, la colle néoprène a été choisie comme le produit le plus approprié.

Finalement, une thermo-soudure a pu être réalisée au niveau de la jonction verticale de la virole. Toutes les autres coutures seront, par la suite, rendues étanches avec de la colle néoprène. Cette solution donne de bons résultats, mais c'est une solution « éphémère », en raison de la rapide dégradation de la colle (un recollage est nécessaire tous les 2 ou 3 essais).

4.4 Mise en œuvre des micro-ondes

Le dispositif expérimental précédent n'était pas adapté à l'utilisation des micro-ondes. Dans cette section seront expliqués les travaux qui ont été réalisés pour optimiser le dispositif et le rendre compatible avec une utilisation des micro-ondes.

4.4.1 Détermination du champ E

L'application d'un champ électromagnétique dans une cavité existante pose différents problèmes : étanchéité du système, nécessité d'adapter le système en impédance, protection des capteurs et optimisation d'apport d'énergie. Pour comprendre le comportement des micro-ondes dans la cavité constituée par le carter de la centrifugeuse et pouvoir solutionner les différents problèmes, des simulations numériques ont été conduites avec un logiciel commercial : COMSOL Multiphysics.

4.4.1.1 Validation du code de calcul

Les dimensions du carter de la centrifugeuse sont d'environ cinq fois plus grandes que la taille d'une onde électromagnétique à $2,45\text{ GHz}$. Quand une onde électromagnétique de fréquence de $2,45\text{ GHz}$ est appliquée dans une cavité de grande dimension, la répartition du champ électrique dans la cavité devient multimode. La difficulté principale, dans ce cas, est que la distribution du champ électrique est inconnue et sa mesure impossible à réaliser techniquement.

Pour étudier le champ dans la machine, la simulation numérique est un outil intéressant. Cependant, la validation des résultats numériques est fondamentale. Pour cela, la solution retenue a consisté à comparer les résultats de simulation obtenus par COMSOL aux résultats donnés par un logiciel dédié à l'électromagnétisme, HFSS, diffusé par ANSYS et disponible au CE-TIAT.

Les deux logiciels ont été utilisés dans des conditions identiques, pour simuler le champ électrique dans la centrifugeuse. Dans les deux cas, le gâteau de filtration a été remplacé par un milieu diélectrique fictif. Les deux modèles présentaient :

- la même géométrie (voir Figure 4.7),
- le même matériau diélectrique pour simuler un gâteau de talc saturé en eau à 20 °C ($\epsilon' = 20$ et $\epsilon'' = 1,5$) (section 5.6.1),
- les mêmes conditions à la limite sur toutes les frontières du domaine,
- les mêmes conditions au niveau du port d'entrée micro-ondes (1 W de puissance incidente et le mode de propagation des ondes T01),
- un maillage différent car HFSS utilise un maillage auto adaptatif qui n'est pas contrôlé par l'utilisateur alors que pour le modèle COMSOL un maillage tétraédrique a été élaboré en imposant une taille de maille maximale supérieure au quart de la longueur d'onde pour capturer tous les détails du champ.

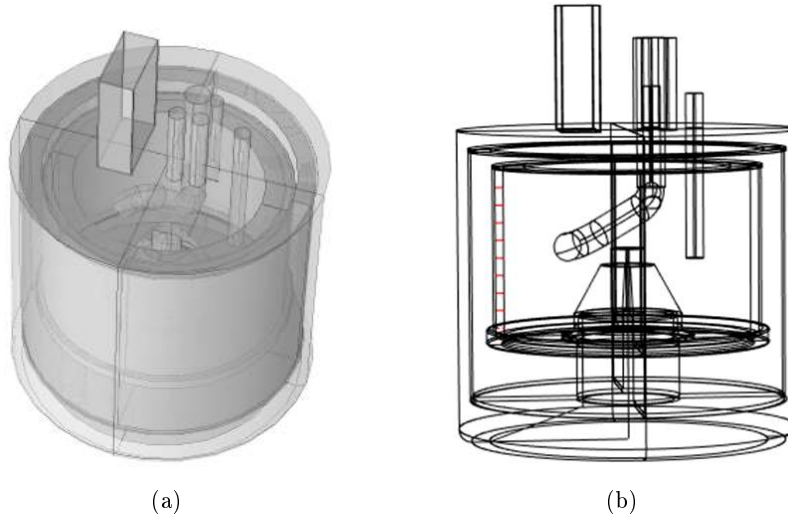


FIGURE 4.7 – Deux images de la géométrie utilisée pour la comparaison des simulations COMSOL et HFSS

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

La comparaison des résultats obtenus a porté sur les valeurs de SWR (Stationnary Wave Ratio) qui sont des grandeurs scalaires qui traduisent l'adaptation en impédance du système [Wal06]. Une valeur élevée de SWR traduit un mauvaise adaptation du système, une valeur proche de 1 indique que le système est bien adapté. Le graphe des SWR obtenus avec les deux codes est présenté sur la Figure 4.8.

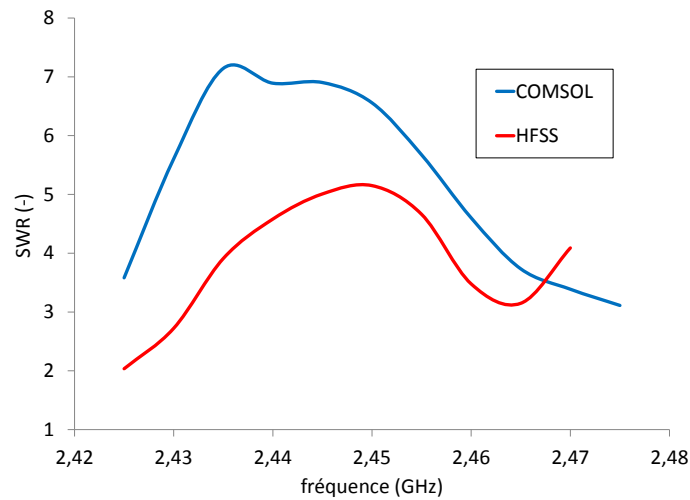


FIGURE 4.8 – Graphiques SWR pour COMSOL et HFSS

Les valeurs de SWR représentent les impédances d'entrée dans la cavité et on peut penser que deux valeurs de SWR proches correspondent à des simulations peu différentes.

La Figure 4.8 montre que les courbes de SWR obtenues par les deux codes sont très différentes. L'allure même des courbes est très dissemblable. On note, néanmoins, que les valeurs de SWR élevées traduisent une mauvaise adaptation du système et qu'un dispositif d'adaptation d'impédance sera nécessaire pour optimiser l'apport d'énergie au produit.

Les différentes simulations qui ont été réalisées pour chercher à comprendre cet écart ont permis de montrer que le maillage avait une forte influence sur la valeur de SWR. Malheureusement, il n'a pas été possible d'effectuer un calcul à maillage identique pour les raisons citées ci-dessus. D'autre part, bien que les géométries aient été reproduites avec beaucoup de soin, quelques différences entre les deux modèles subsistent et peuvent, elles aussi influencer le SWR qui est, en quelque sorte, trop sensible pour

permettre une comparaison raisonnable des résultats des deux codes.

L'analyse s'est donc portée sur le champ électrique dans la machine. En effet, la distribution du champ électrique dans la cavité est très importante pour l'optimisation de l'apport d'énergie, pour la protection des capteurs et pour assurer l'étanchéité aux ondes du système. Les résultats obtenus pour les amplitudes du champ électrique sont présentés sur les Figure 4.9 et 4.10 selon deux plans perpendiculaires XoZ et YoZ qui passent par l'axe de la machine.

On observe que les amplitudes de champ obtenues avec les deux codes de calcul dans les deux plans considérés (XZ ou YZ) sont très proches. Le calcul de la différence des amplitudes moyennées (moyenne prise sur l'ensemble des points voisins) de champs électrique est représenté sur la Figure 4.11. On constate que les écarts relatifs à l'intérieur de la cavité sont au maximum de 15 %.

Finalement, on peut conclure que les deux codes ne donnent pas des résultats rigoureusement identiques mais que les amplitudes du champ électrique calculées par les deux outils de simulation donnent des valeurs proches et que la répartition du champ électrique dans les deux cas est très similaire.

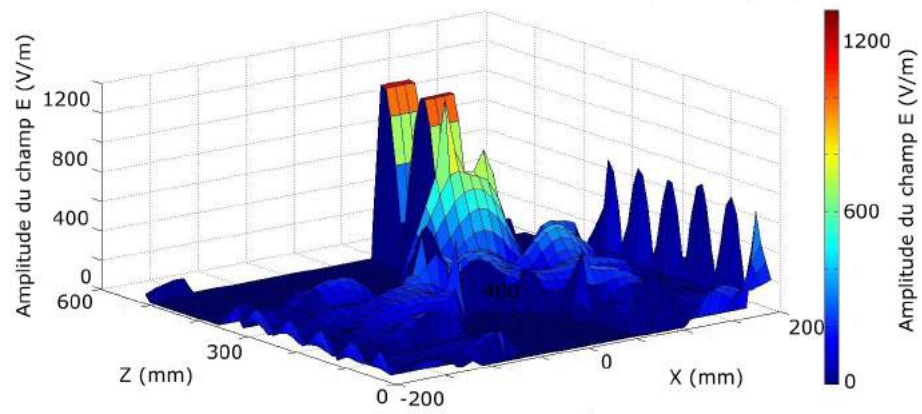
On considèrera donc que les simulations obtenues au moyen du module RF de COMSOL Multiphysics permettent d'approcher raisonnablement les propriétés du champ électromagnétique dans la machine et constituent un outil d'analyse important pour la compréhension des phénomènes physiques qui se conjuguent dans le procédé étudié. En effet, un des intérêts de COMSOL Multiphysics est de pouvoir « agréger » les physiques et de permettre, entre autre, de calculer l'échauffement du matériau diélectrique disposé dans le panier du modèle pour représenter le gâteau de filtration.

4.4.2 Applications de micro-ondes avec une machine vibrante

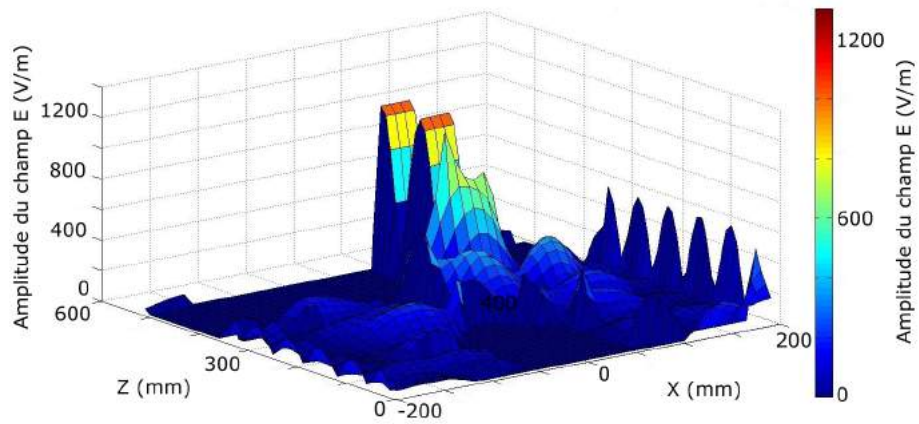
Le premier objectif du nouveau dispositif expérimental est de permettre de réaliser simultanément la séparation mécanique et thermique dans un seul équipement. Techniquement, il s'agit de concevoir un dispositif doté d'un couvercle unique, capable d'assurer les fonctions nécessaires à la filtration et à l'essorage (alimentation en suspension) d'une part, et de chauffer le produit par application de micro-ondes, d'autre part. Pour arriver à cet objectif, il est impératif d'empêcher les vibrations de la centrifugeuse de se propager jusqu'au générateur micro-ondes.

Pour cela, la tête micro-ondes a été désolidarisée du couvercle de la centrifugeuse. Il a été fixé sur une structure rigide placée à côté de la centrifugeuse. Le magnétron est relié à la centrifugeuse par un système de guide d'onde. Ce

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

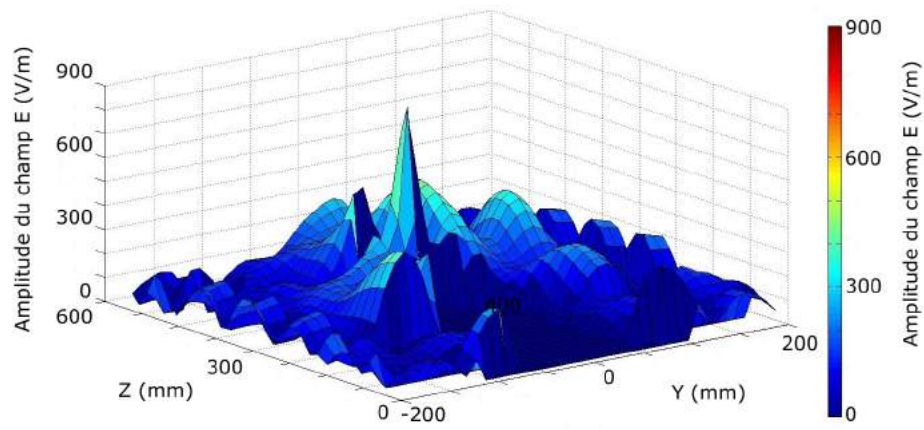


(a) COMSOL

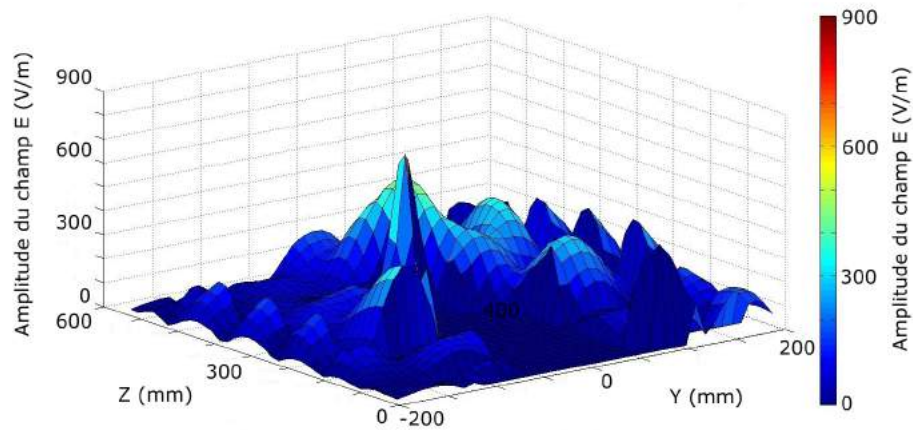


(b) HFSS

FIGURE 4.9 – Comparaison des amplitudes du champ électrique calculées au moyen des codes COMSOL et HFSS dans le plan XZ



(a) COMSOL



(b) HFSS

FIGURE 4.10 – Comparaison des amplitudes du champ électrique calculées au moyen des codes COMSOL et HFSS dans le plan YZ

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

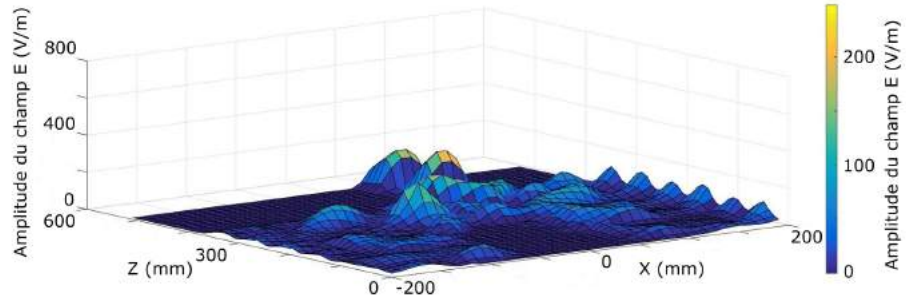


FIGURE 4.11 – Écart moyenné du champ E entre les résultats de COMSOL et HFSS

système a été conçu spécifiquement pour comprendre deux parties séparées par un lame d'air. Les deux parties de guide d'onde qui se font face ont été conçues de telle manière qu'elles permettent une transmission de puissance micro-ondes, sans fuite et sans contact mécanique entre les parties et donc sans transmettre les vibrations de la centrifugeuse au magnétron (Figure 4.12).

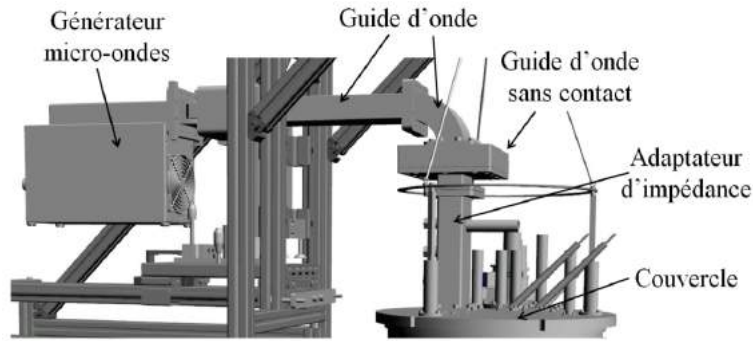
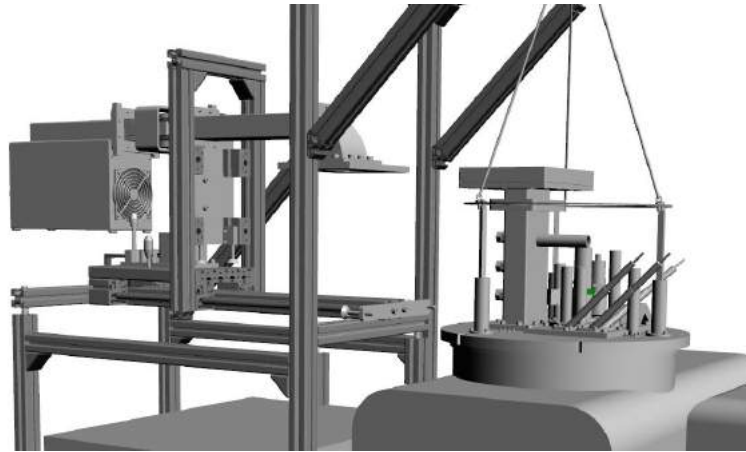
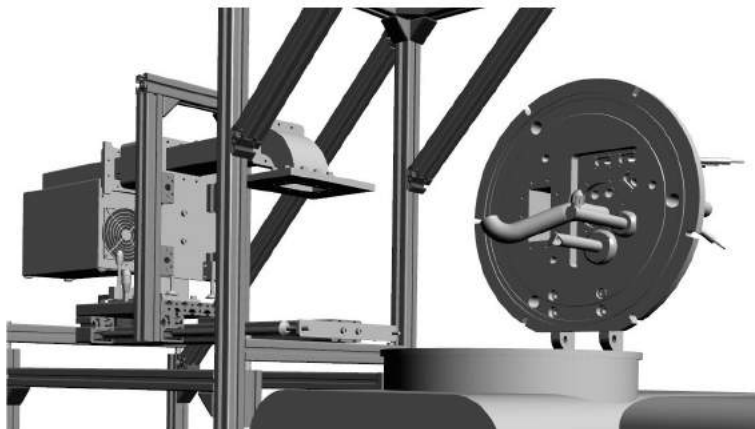


FIGURE 4.12 – Système d'accouplement et désaccouplement du magnétron avec la centrifugeuse

Le magnétron sur sa structure est mobile, il est placé sur un chariot qui peut se déplacer horizontalement, ce qui permet l'ouverture et la fermeture du couvercle. Pour faciliter ce mouvement, le chariot permet aussi un déplacement vertical, commandé par un vérin pneumatique. Ce dispositif permet d'éloigner le magnétron plus une partie du guide d'onde de la centrifugeuse (Figure 4.13).



(a) Magnétron désacouplé



(b) Couvercle ouvert

FIGURE 4.13 – Dispositif qui permet l'ouverture du couvercle de la centrifugeuse

4.4.2.1 Guide d'onde sans contact

La pièce maîtresse du nouveau dispositif qui permet d'appliquer les micro-ondes pendant tout le procédé est le guide d'ondes sans contact. La conception géométrique des flasques du guide d'onde au niveau de la lame d'air permet de transmettre les micro-ondes sans avoir de fuites vers l'extérieur. La pièce a deux parties sans contact physique entre elles (Figure 4.14). Entre ces deux pièces, il est possible d'avoir un espace allant jusqu'à $1,5\text{ mm}$ en garantissant l'étanchéité du dispositif aux micro-ondes.

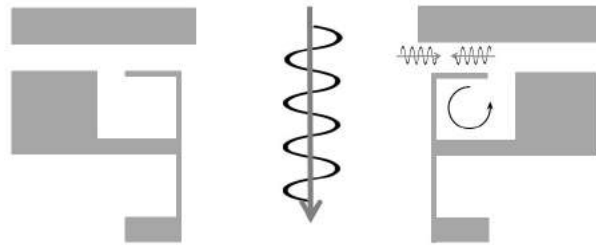


FIGURE 4.14 – Coupe du plan du guide d'onde sans contact, avec les directions principales des ondes

Les ondes cheminent dans le guide d'onde, de la partie supérieure vers le bas (Figure 4.14). Une partie de ces ondes va essayer de sortir par l'espace entre les deux pièces. La géométrie de la cavité placée dans la partie inférieure aussi appelé *piège quart d'onde* va changer la phase de l'onde, et va la renvoyer vers l'intérieur du guide d'onde annulant les ondes qui veulent sortir. C'est ce phénomène physique qui fait que le guide d'ondes sans contact ne présente pas de fuite micro-ondes. La géométrie très particulière et précise du guide d'onde sans contact a été développée avec l'aide du CETIAT (Figure 4.15).

4.4.3 Adaptation d'impédance du système

Le système, magnétron, guide d'ondes et centrifugeuse, comme l'ont montré les simulations numériques, n'est pas adapté en impédance. Une grande partie de la puissance appliquée n'est pas absorbée par la somme de la cavité plus le produit et est réfléchie vers le générateur pour être dissipée dans le système de circulation et la charge à eau qui protège le magnétron [RRO03]. Les premiers essais ont montré que la puissance réfléchie pouvait atteindre 400 W , c'est à dire un tiers de la puissance incidente (qui n'est pas utilisée pour chauffer le produit).

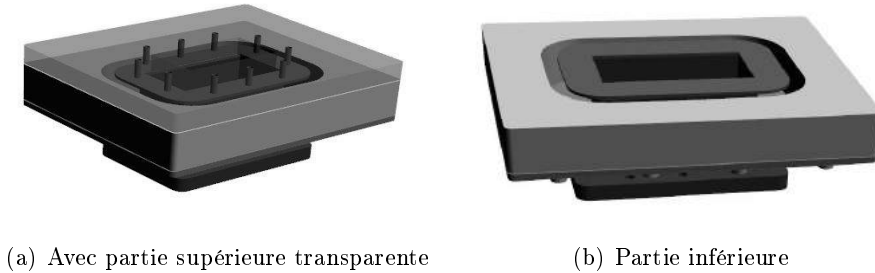


FIGURE 4.15 – Deux vues 3D du guide d'onde sans contact

Un déflecteur placé à l'entrée des micro-ondes dans le carter a été la première option envisagée pour adapter au mieux le système et éviter les pertes inévitables liées aux tronçons situés entre l'adaptateur d'impédance et le carter [RRO03]. Mais le manque d'espace à cet endroit a écarté cette option. Finalement, un adaptateur d'impédance comportant 3 stubs [RRO03], placé à l'entrée du carter permet de minimiser les pertes liées aux tronçons situés entre l'adaptateur d'impédance et l'applicateur.

Avec la collaboration du CETIAT, cet élément comportant trois stubs a été conçu (Figure 4.16).

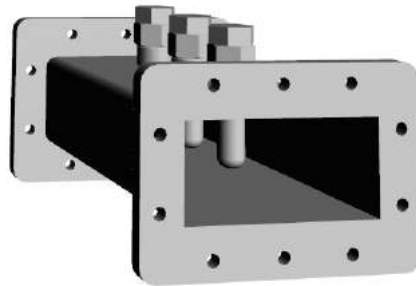


FIGURE 4.16 – Vue 3D de l'adaptateur d'impédance

Une première version de l'adaptateur avait des vis en acier inoxydable, mais elles chauffaient beaucoup et entraînaient des pertes de puissance micro-ondes. Pour cette raison, un deuxième jeu de vis, en laiton, présentant moins de pertes a été retenu.

Le système adapté à l'aide des trois stubs (produit + cavité + guide d'onde + adaptateur d'impédance) a des valeurs de puissance réfléchie beaucoup plus basses que le système précédent non adapté (produit + cavité +

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

guide d'onde). La puissance réfléchiée avec le système oscille entre $10 - 40\text{ W}$. Néanmoins, il n'est pas auto-réglable et la position des vis doit être réajustée en fonction de l'évolution des propriétés diélectriques du produit en cours du séchage.

4.4.4 Adaptation et protection des capteurs

Le champ électromagnétique à l'intérieur du carter est très intense. Les capteurs ne sont pas capables de mesurer dans cet environnement et la plupart des dispositifs électroniques des capteurs seraient endommagés s'ils étaient soumis à un tel champ électromagnétique. C'est pour cela que nous avons essayé de placer tous les capteurs à l'extérieur et de les protéger avec des pièges à ondes. Seuls les capteurs de température autonomes, thermo boutons (*Plug & Track 22T*), qui sont de la taille d'une pile de montre ont été placés à l'intérieur du panier et directement soumis au rayonnement micro-ondes en étant toutefois protégés avec du scotch aluminium pour réaliser une sorte de blindage.

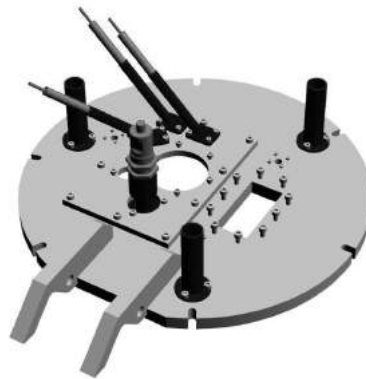


FIGURE 4.17 – Tuyaux métalliques qui assurent le piégeage des ondes

La figure 4.17 montre les capteurs placés à l'extérieur du couvercle, les tuyaux métalliques qui les relient au couvercle sont des pièges à ondes. Les tuyaux ont une géométrie spécifique qui empêche les micro-ondes d'arriver à leur extrémité.

4.4.5 Étanchéité du système

Pour appliquer les micro-ondes dans le carter de la centrifugeuse, il faut faire en sorte que le carter se comporte comme une cage de Faraday. Il faut

donc assurer la continuité électrique entre les différentes parties de la machine et mettre des pièges à ondes au niveau des ouvertures du carter.

Pour les capteurs placés à l'extérieur, pour la suspension du bol de double pesée, et pour la sortie du filtrat, des pièges à ondes de type "tuyaux conducteurs" ont été mis en place. Pour l'entrée d'air, sur le couvercle de la machine, qui a un diamètre supérieur à 30 mm, une grille de type *R4T5* a été positionnée pour empêcher les ondes de sortir.

4.5 Système d'extraction de vapeur

L'extraction de vapeur générée par le chauffage micro-ondes est un point crucial pour la conduite du séchage. L'objectif principal est de récupérer la chaleur de l'air humide sortant du carter pour chauffer l'air entrant tout en évacuant la vapeur d'eau générée dans le carter en refroidissant le moins possible le produit à sécher.

Un échangeur air & air, de type VMC double flux d'habitation individuelle (*Akor ST-HR Haute rendement*) a été installé. L'impossibilité de faire condenser la vapeur à l'endroit désiré afin de récupérer la chaleur latente ainsi que l'éloignement entre le point optimal de fonctionnement de la VMC double flux et les conditions opératoires de notre système nous ont conduit à abandonner cette solution.

Nous avons également essayé de conduire des essais en obstruant les entrées d'air de la machine, de façon à bloquer les échanges d'air, pour éviter le refroidissement du produit. Dans cette configuration, la surface extérieure du carter est refroidie pour induire la condensation de la vapeur d'eau générée par le chauffage micro-ondes. Mais ce système ne donne pas de bons résultats car la diminution de température de la surface du carter provoque un refroidissement important du panier et du produit à sécher et pénalise l'efficacité du séchage.

Après ces essais infructueux, il a été choisi de disposer, en amont de la centrifugeuse, un système de traitement d'air permettant de régler le débit, la température et l'humidité de l'air injecté. Par contre, ce système de traitement d'air ne permet pas la récupération de chaleur sur l'air humide sortant de la machine.

Il faut noter que l'écoulement d'air dans la machine est fortement influencé par la rotation du panier. En effet, la simple rotation du panier induit un écoulement conséquent de la partie centrale supérieure de machine vers la partie inférieure et périphérique du carter. La superposition de l'injection d'air par un dispositif externe et de la rotation du panier conduit à

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

écoulement très différent de celui obtenu par la seule injection d'air.

D'autre part, une solution d'extraction d'air au voisinage de la surface du gâteau a aussi été tentée et abandonnée. Une pompe centrifète (présentée dans la partie 4.5.3), placée au plus près de la surface du gâteau permet d'extraire la vapeur d'eau générée dans une zone essentielle au séchage.

4.5.1 Étude de l'aéraulique dans la machine

Comme mentionné précédemment, la rotation du panier induit un écoulement « naturel » dans la machine de la partie supérieure vers la partie inférieure. Le panier tournant crée une dépression au niveau de l'axe de la machine dans le panier et une surpression s'établit au niveau du fond du carter. Une ouverture pour l'entrée d'air a été réalisée sur la partie centrale du couvercle dans le but de profiter de cet effet pour intensifier le balayage d'air à la surface du gâteau.

Pour comprendre le comportement de l'air à l'intérieur de la machine, des simulations numériques ont été réalisées en utilisant le module CFD de COMSOL Multiphysics.

4.5.1.1 Simulation de l'écoulement d'air dans la machine

Un modèle en 3D a été réalisé sur COMSOL (Figure 4.18). Les principales caractéristiques de la géométrie prises en compte sont :

- l'entrée d'air (diamètre de 80 *mm* et une hauteur de 100 *mm*),
- la sortie d'air (diamètre de 30 *mm* et une longueur de 100 *mm*),
- la buse d'alimentation et le capteur de position de l'anneau liquide,
- pour simuler le même comportement que dans la phase de séchage avec un gâteau constitué (ne laissant pas de passage d'air), la paroi du panier a été représentée comme une paroi imperméable.

Le réglage du modèle a été implémentée comme suit :

- l'écoulement est turbulent pour les différentes vitesses testées et le modèle de turbulence choisi est $k - \epsilon$,
- les conditions aux limites appliquées sont la pression atmosphérique à l'entrée et à la sortie de la machine (frontière libre),
- l'effet de rotation du panier a été pris en compte en imposant une condition de paroi mobile,
- la température et la pression initiales sont prises respectivement à $T = 293,15 \text{ K}$ et $P = 1 \text{ atm}$ et la vitesse initiale égale à zéro partout, pour le premier calcul à faible vitesse. Pour les calculs aux vitesses

- plus élevées, les conditions initiales sont issues du résultat obtenu à la vitesse de rotation immédiatement inférieure,
- le maillage choisi pour ce modèle d'écoulement turbulent est un maillage type « couches limites » au voisinage des parois et tétraédrique ailleurs. Le maillage du modèle a été réalisé avec soin afin d'obtenir un bon compromis entre le temps de calcul et la précision des résultats,
 - le solveur utilisé est un solveur stationnaire, la convergence du modèle ayant été obtenue par un balayage en vitesse.



FIGURE 4.18 – Représentation de la géométrie de la centrifugeuse pour le modèle d'écoulement

4.5.1.2 Validation du code de calcul

On a tout d'abord cherché à confronter les résultats de simulation à des résultats expérimentaux. Accessible à la mesure et relativement pratique à réaliser, le débit d'air circulant dans la machine permet une telle validation. Les débits d'air en entrée et sortie de la machine ont ainsi été déterminés par mesure de vitesse à l'aide d'un anémomètre à hélice, dans une veine d'air rectiligne suffisamment longue pour que les singularités du système ne perturbent pas la mesure. Pour que la centrifugeuse soit dans la configuration la plus proche possible du modèle COMSOL, les trous du panier de filtration ont été obturés avec du scotch, pour rendre la paroi du panier imperméable.

Les résultats numériques et expérimentaux de débit en fonction de la vitesse de rotation du panier sont donnés sur la Figure 4.19.

Le graphique 4.19 montre un bon accord entre les calculs numériques et

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

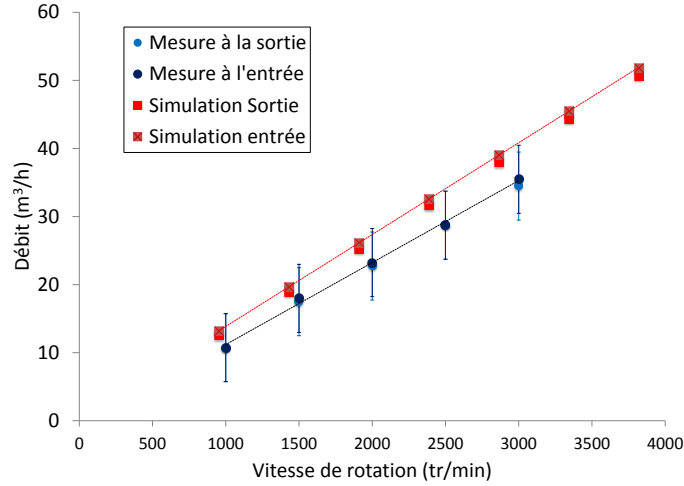


FIGURE 4.19 – Débit d'air dans la machine : résultats de simulation et expérimentaux

les valeurs de mesures. Les écarts relatifs ne dépassent pas 12 %. Ils peuvent s'expliquer partiellement par les incertitudes sur le débit d'air liées aux erreurs de mesure sur la vitesse d'air.

On remarque que l'écoulement provoqué par le mouvement du panier varie linéairement avec la vitesse de rotation, comme ce qui serait obtenu pour un ventilateur.

On peut alors considérer que les résultats de simulation sont représentatifs de l'écoulement d'air dans la machine. La détermination du champ de vitesse dans la machine va permettre de comprendre les caractéristiques principales de l'écoulement.

4.5.1.3 Principales caractéristiques de l'écoulement d'air dans la machine

Le tracé de quelques lignes de courant issues de la surface d'entrée est montré, en vue 3D, sur la Figure 4.20. Cette représentation permet de visualiser les principales propriétés de l'écoulement.

On peut voir que l'air entrant est entraîné en spirale vers le fond du panier. Au fur et mesure qu'il descend, il est mis en rotation et s'éloigne de l'axe de la machine. Il remonte alors le long de la paroi du panier, duquel il ressort au niveau de la paroi supérieure. Il plonge alors vers le fond du

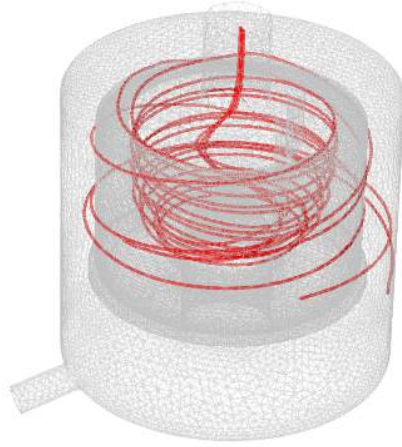


FIGURE 4.20 – Quelques lignes de courants de l'écoulement simulé dans la machine

carter en tournant, avant d'être expulsé dans la tubulure de sortie. Une représentation schématique du balayage en 2D est donnée sur la Figure 4.21.

Le principal apport de ces résultats est de montrer que la rotation du panier ne bloque pas l'écoulement d'air à l'intérieur du panier mais qu'au contraire, par un effet d'aspiration elle favorise un mouvement le long de la paroi du panier qui donnera un effet favorable lors du séchage pour transférer la vapeur d'eau du gâteau à l'écoulement.

4.5.2 Système de traitement de l'air injecté

Le traitement de l'air injecté est un point important pour optimiser le séchage. L'idée est de disposer d'un système permettant d'injecter un air ayant des propriétés fixées (température, humidité relative) tout en contrôlant le débit d'injection, pour pouvoir optimiser le procédé et analyser l'effet des différentes conditions de balayage.

Le système est constitué de différents éléments disposés en série : ventilateur et vanne pour régler le débit, déshumidificateur (Munters ComDry M210X) pour régler l'humidité de l'air afin d'augmenter sa capacité d'absorption d'eau et une batterie chauffante (Puissance 3 kW) pour chauffer l'air entrant (Figure 4.22).

Le système permet de régler les différents paramètres de l'air entrant :

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

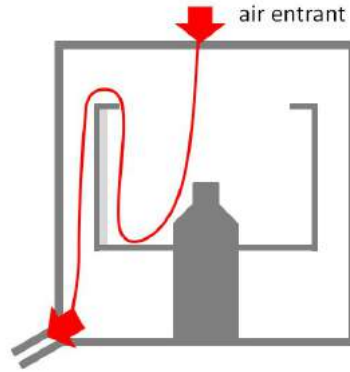


FIGURE 4.21 – Représentation simplifiée (hors rotation) de l'écoulement dans la machine

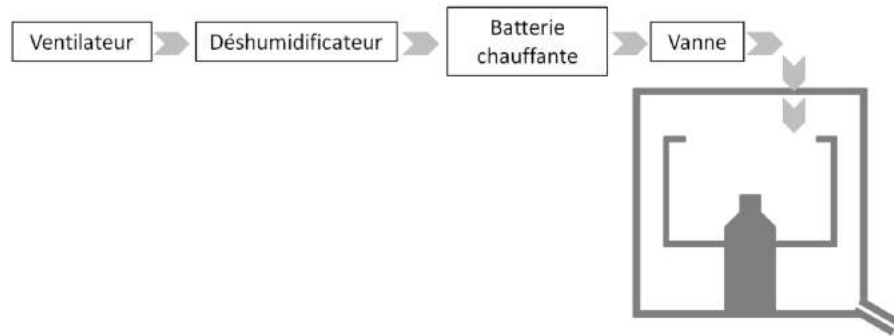


FIGURE 4.22 – Système de déshumidification avec batterie chauffante

l'humidité relative peut descendre jusqu'à 10 %, la température peut aller jusqu'à 90 °C pour un débit d'air pouvant aller jusqu'à 100 m³/h.

4.5.3 Système d'extraction localisé à la surface du gâteau

Afin d'extraire la vapeur d'eau à proximité de la surface du gâteau et faire disparaître les endroits non balayés, un système d'extracteur d'air type « pompe centripète » a été développé. Le principe est de profiter de l'écoulement d'air tournant dans la machine et donc de la pression dynamique importante pour extraire l'air humide à proximité de la surface du gâteau (Figure 4.23).

Le système développé (Figure 4.23) présente deux tuyaux d'entrée d'air

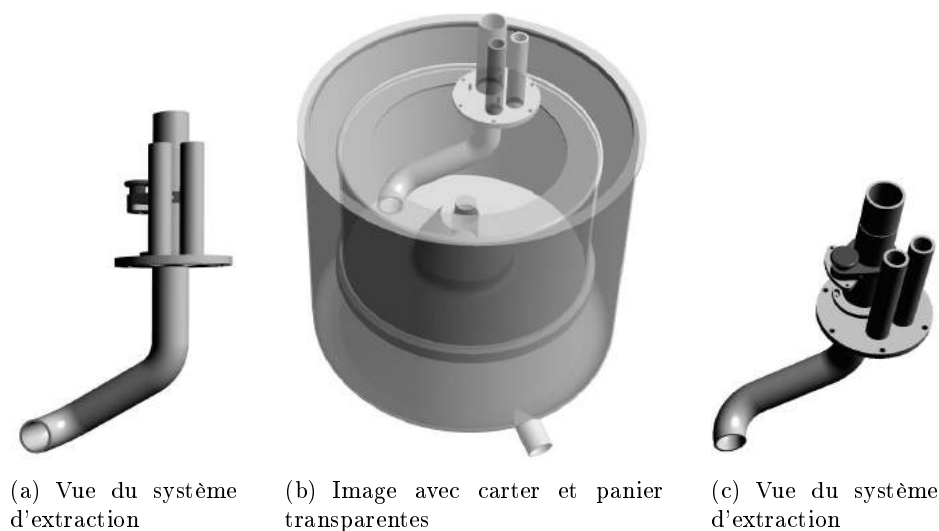


FIGURE 4.23 – Système d'extraction localisé à la surface du gâteau

identiques (pour des raisons d'encombrement) pour permettre le renouvellement d'air, de diamètre 16 mm et longueur 110 mm , qui font aussi office de piège à onde évitant ainsi les fuites micro-ondes par leurs ouvertures. Un troisième tuyau pour l'extraction d'air plonge dans le panier de telle façon qu'à son extrémité la section droite soit perpendiculaire à la surface du panier.

Pour améliorer le débit d'air extrait, l'extrémité du tuyau d'extraction est munie d'une prise d'air (en forme d'écope) en téflon afin d'augmenter le débit extrait (jusqu'à $30\text{ m}^3/h$).



FIGURE 4.24 – Pelle d'extraction en téflon

4.6 Instrumentation du pilote

Le dispositif a été complètement instrumenté pour analyser les phases de filtration, d'essorage et de déshydratation assistée par micro-ondes.

En premier lieu le dispositif d'acquisition des données et de pilotage sera présenté. Par la suite, les différents capteurs seront présentés par groupes, selon les phénomènes qu'ils permettent d'analyser.

4.6.1 Acquisition des données et pilotage

Un système d'acquisition de données a été développé, pour pouvoir collecter et enregistrer les données de l'ensemble des capteurs disposés autour du pilote. Les capteurs mis en place utilisent des protocoles de communication de types différents. Un module DAQ (*National Instrument Compact DAQ 9178*) permet d'utiliser différentes cartes d'acquisition :

- *NI Carte 9201* : module d'entrées analogiques de la Série C, 8 voies, ($\pm 10\text{ V}$), informations analogiques en tension (gamme $\pm 10\text{ V}$) et en courant ($4 - 20\text{ mA}$). Quatre unités avec 8 entrées analogiques,
- *NI Carte 9211* : module d'entrée de thermocouple 4 voies,
- *NI Carte 9435* : module d'entrées numériques à courant injecté/absorbé avec 4 voies,
- *NI Carte 9263* : module 4 voies de sortie analogique ($\pm 10\text{ V}$), une carte est utilisé pour générer les tensions qui vont permettre de piloter la machine.

Pour le traitement de toutes les données, un programme Labview a été créé. Le programme affiche des informations sur les différents paramètres de l'essai (courbes, valeurs numériques, alarmes ...), qui permettent de suivre l'évolution de l'essai. Les données présentées par LabView à l'opérateur peuvent être pré-traitées pour une compréhension plus claire. Par exemple la distance mesurée par le capteur de position à ultrasons n'est pas directement la position de la surface de l'anneau liquide. LabView va traiter cette donnée en temps réel et va afficher la grandeur d'intérêt pour l'opérateur.

L'ensemble des données est enregistrée à intervalle régulier dans un fichier.

De même un système de pilotage a été implanté dans le même programme LabView. L'objectif d'avoir le pilotage du dispositif à partir du programme est double :

- d'une part l'utilisation du pilote est plus simple grâce à une seul poste de pilotage qui permet le contrôle de la centrifugeuse, de la pompe, de générateur micro-ondes ... ,

- d’autre part, cela assure la répétabilité des essais (conditions identiques car il est beaucoup plus facile de démarrer et d’arrêter les dispositifs exactement au même moment et d’imposer des mises en régime identiques).

Les différentes parties du dispositif pilotées à partir du programme sont :

- le variateur de fréquence de la pompe,
- le variateur de fréquence du moteur de la centrifugeuse,
- le générateur micro-ondes.

La possibilité de piloter le déshumidificateur, la batterie chauffante et le système de ventilateur est envisagée dans un futur proche.

4.6.2 Bilan de matière, système de double pesée

Les paramètres permettant de décrire la filtration et l’essorage d’un gâteau peuvent être estimés à partir des données collectées au cours d’un essai (bilan de matière dans le panier, porosité. . .]. Pour pouvoir avoir un bilan de matière précis un système appelé système de double pesée a été développé [Leg08].

Le système appelé « double pesée » se compose d’un débitmètre massique à effet coriolis (*Micro-Motion R025*, avec un débit maximal de 2720 kg/h et un erreur de $\pm 0,5\%$, [Gai86]), qui permet de mesurer précisément le débit de suspension qui rentre dans le panier. Pour mesurer la quantité de filtrat qui sort du panier, une balance (*Kern ITB ISOK5LIP*) placée en sortie du carter permet de mesurer la masse de filtrat qui sort de la centrifugeuse (Figure 4.25, balance 2). Mais le bilan de masse que l’on peut faire en utilisant les données de ces deux capteurs ne tient pas compte de la quantité de filtrat qui reste dans le carter de la centrifugeuse. En effet, la force centrifuge s’oppose à l’évacuation immédiate du filtrat qui va être mis en rotation dans le carter (formant un second anneau liquide pouvant représenter un volume de fluide allant jusqu’à un litre).

Pour avoir un bilan de masse précis et prendre en compte ce qui sort réellement du panier, le système développé consiste en l’implantation d’un bol suspendu à une balance (*Precisa 30000D SCS*) et positionné entre le panier et le carter (Figure 4.25). Cette deuxième balance va mesurer la quantité d’eau présente dans le carter. La somme des masses de filtrat enregistrées par les deux balances donne la valeur instantanée de la masse de filtrat sortant du panier.

Pour permettre d’avoir une mesure de validation du bilan de masse dans le panier, la mesure de la position de la surface de l’anneau liquide doit être améliorée. Pour cela, un capteur de distance à ultrasons (*Sick UM30*)

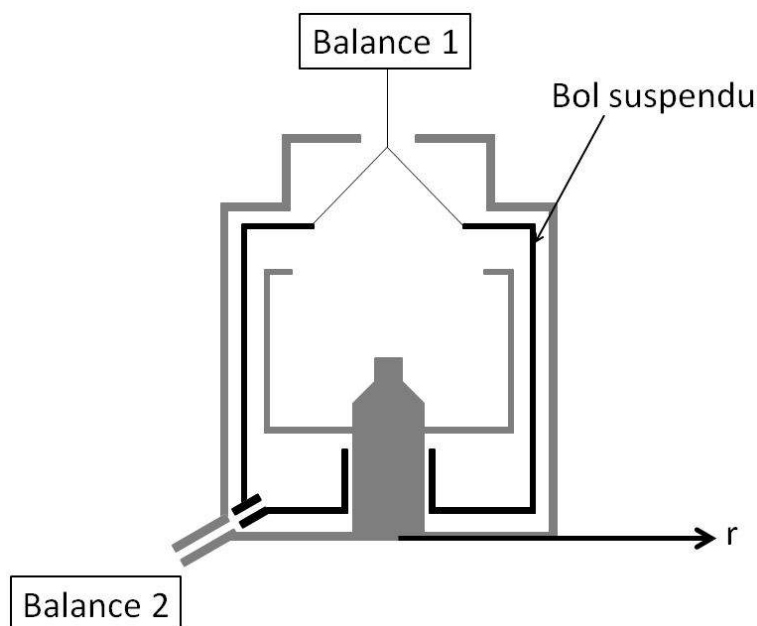


FIGURE 4.25 – Système de double pesée

a été installé (voir Figure 4.26). Le capteur est placé à l'extérieur de la centrifugeuse pour le protéger du champ électromagnétique grâce à un piège à ondes de type "tuyau conducteur" (Section 4.4.4). Le faisceau d'ultrasons est réfléchi par un miroir incliné à 45° par rapport à la vertical et positionné de telle façon que le faisceau réfléchi vienne frapper normalement la surface d'anneau liquide en regard (Figure 4.26).

4.6.2.1 Adaptation du système de double pesée aux micro-ondes

Le système de double pesée n'était pas adapté à l'utilisation avec les micro-ondes. Il a donc été modifié en conséquence (Figure 4.27).

Les différentes modifications apportées au système initial sont décrites de façon détaillée en annexe F. Le lecteur intéressé pourra s'y référer.

4.6.3 Détermination de l'énergie réfléchie vers le générateur

L'objectif est de quantifier l'énergie apportée aux matériaux par les micro-ondes. Les mesures de la puissance incidente appliquée dans le carter P_i et de la puissance réfléchie revenant au générateur P_r sont très importantes, parce qu'elles sont les seules mesures de puissance que nous pouvons faire. Pour

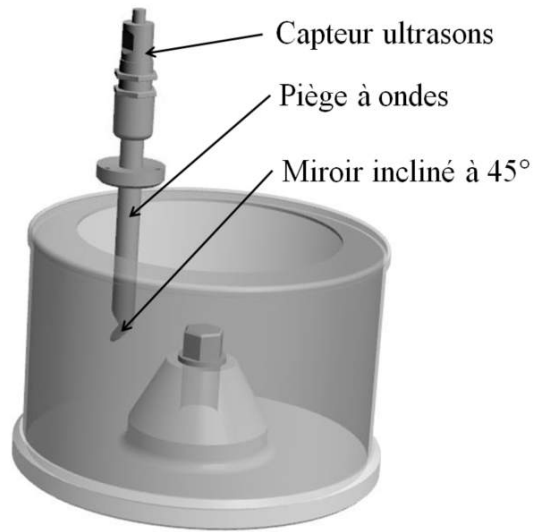


FIGURE 4.26 – Capteur de distance ultrasons

bien quantifier l'énergie appliquée aux produits une estimation des autres pertes sera nécessaire.

La puissance incidente est calculée par le générateur micro-ondes à partir du courant, de la tension et du rendement du magnétron.

La mesure de puissance micro-ondes dans un guide d'onde n'est pas directe. Il faut placer une antenne à l'intérieur du conduit. Le champ électromagnétique va induire un courant dans l'antenne plongée dans le champ, et ce courant dans le cristal détecteur à diode (*Sairem PCEL 12KSM*) donne une tension qui est mesurée. Grâce à la connaissance de la répartition du champ électromagnétique à l'intérieur (les antennes sont placées dans les endroits où l'amplitude du champ électrique est connue), la puissance micro-ondes peut être calculée.

Pour faire la mesure de la puissance réfléchie le positionnement de l'antenne qui a été plongée dans le champ électromagnétique est fondamental. Elle doit être positionnée où seule l'onde réfléchie est présente. La meilleure position pour placer l'antenne est après le circulateur qui va séparer la puissance incidente et la puissance réfléchie et avant la charge à eau qui va la dissiper (Figure 4.28).

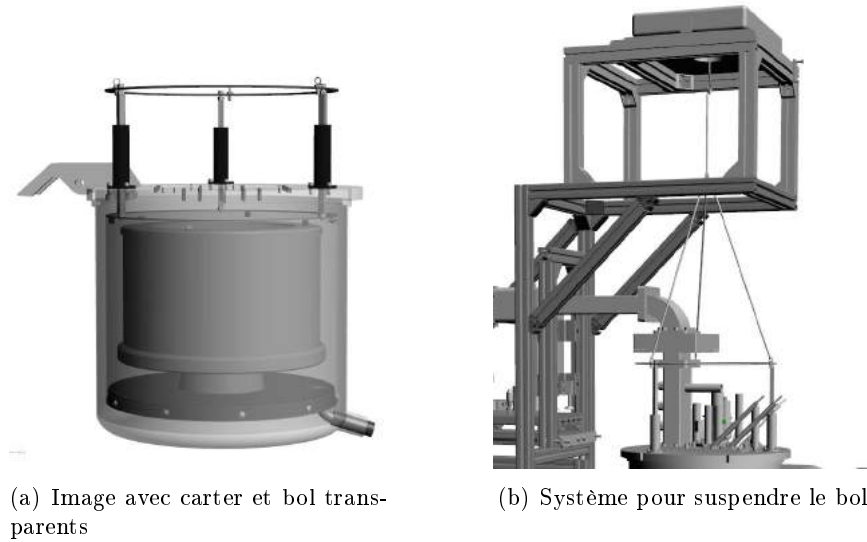


FIGURE 4.27 – Système de double pesée compatible avec les micro-ondes

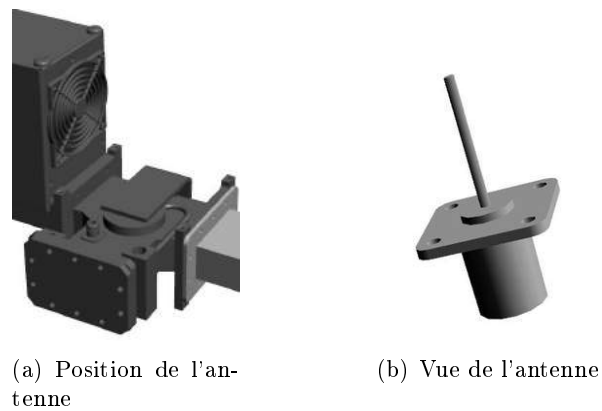


FIGURE 4.28 – Antenne de mesure de la puissance réfléchie

4.6.4 Mesure de température

L'analyse de l'évolution des températures dans le dispositif expérimental est fondamental pour suivre le procédé de séchage, pour connaître l'évolution des propriétés dépendantes de la température et pour comparer les simulations numériques avec les résultats expérimentaux.

Les techniques utilisées pour mesurer ces températures vont être différentes selon l'endroit où sera effectuée la mesure (Figure 4.29).

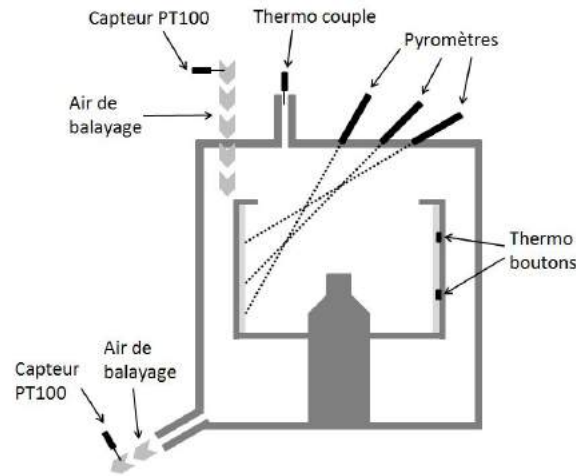


FIGURE 4.29 – Schéma d'implantation des différents capteurs de température utilisés

La température du gâteau est une donnée importante à connaître ; c'est la température du produit chauffé par micro-ondes. Cette température est mesurée dans deux zones différentes :

- à la surface du gâteau,
- à l'intérieur du gâteau.

Pour mesurer la température de surface du gâteau à trois hauteurs différentes (50 mm, 100 mm et 150 mm du fond du panier), les capteurs choisis sont des pyromètres infrarouges (*Optris CS*, avec une étendue de mesure de $-40^{\circ}C$ à $1030^{\circ}C$ et une précision de $\pm 1,5^{\circ}C$). Les pyromètres sont déportés à l'extérieur de la centrifugeuse pour ne pas être soumis au champ électromagnétique qui règne dans l'enceinte.

Pour mesurer la température à l'intérieur des gâteaux, des thermo-boutons autonomes sont utilisés (*Plug & Track 22T*, de précision de $\pm 0,5^{\circ}C$ et d'autonomie 2 heures avec des enregistrements toutes les 1s). Ils sont recouverts

4. DÉVELOPPEMENT DU PILOTE EXPÉRIMENTAL

avec du scotch aluminium pour les protéger du champ électromagnétique (la mesure n'est pas perturbée par le scotch aluminium en raison de sa bonne conductivité thermique). Avant de commencer l'essai, ils sont collés à différentes hauteurs sur la toile de filtration et vont permettre d'enregistrer les températures du gâteau. Une fois l'essai terminé, les données sont récupérées grâce à un logiciel spécifique. La température mesurée par ces capteurs, vu leur taille, est une information globale relative aux différents éléments en contact avec la surface du capteur (gâteau, toile filtrante).

La température de l'air qui va balayer le carter va être mesurée grâce à des sondes de type *PT 100*. Deux capteurs vont être placés, l'un dans la veine d'entrée et l'autre dans la veine de sortie d'air.

La température à l'intérieur du carter est mesurée à l'aide d'un capteur thermocouple positionné à l'extrémité d'un tuyau métallique relié au carter. On a vérifié que la température à cet endroit est peu différente de la température moyenne du carter.

Par ailleurs, il est possible d'implanter des thermo-boutons en différents endroits du carter.

4.6.5 Balayage de la vapeur d'eau

Les trois paramètres mesurés dans les veines d'entrée et de sortie d'air sont : la température, l'humidité et la vitesse d'air. Les dispositifs de mesure d'humidité à l'entrée et à la sortie sont identiques. Un seul débitmètre placé sur la veine d'entrée est nécessaire pour faire la mesure du débit, si la pression ne varie pas entre l'entrée et la sortie ($Q_e = Q_s$).

La mesure de l'humidité relative est faite par un capteur d'humidité capacitif (*Kimo TH200* avec une plage de mesure de 0 % à 100 % et une précision de $\pm 1,5$ %). Le capteur intègre une mesure de température avec une sonde de type PT 100.

L'anémomètre utilisé pour mesurer la vitesse de l'air dans la veine d'entrée est un anémomètre à fil chaud *Kimo CTV200* avec une plage de mesure de vitesse de 0 *m/s* à 20 *m/s* et une précision de $\pm 0,1$ *m/s*.

4.6.6 Évolution du champ électrique dans le carter

Pour suivre l'évolution du séchage, la mesure de l'évolution du champ électrique dans le carter est utile. En effet, si le milieu poreux dans le panier est très humide, le champ électromagnétique va être dissipé essentiellement dans le produit et le champ électromagnétique dans le carter sera faible. À contrario, quand le milieu poreux perd de l'eau, ses propriétés diélectriques

vont varier (diminution d' ϵ''), et le champ électrique dans le carter va varier aussi.

L'inconvénient principal de cette méthode est que la mesure locale du champ électrique n'a pas beaucoup de sens du fait que la distribution du champ électrique est inconnu. Pour contourner ce problème et obtenir une évaluation du champ moyen dans le carter, il est nécessaire d'effectuer la mesure de champ électrique en différents endroits.

La mesure du champ électrique dans une cavité multimode est impossible à faire, mais l'évolution du champ électrique peut être déterminée grâce à un système d'antennes placées à différents endroits de la cavité, qui donneront une indication de la tendance à l'augmentation ou à la diminution du champ.

Les antennes utilisées sont décrites sur la Figure 4.30. Plus de détails sont donnés en annexe G.

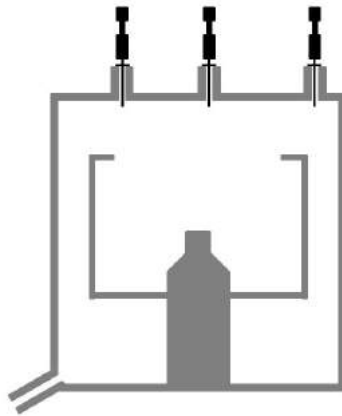


FIGURE 4.30 – Implantation des antennes utilisées pour estimer l'amplitude du champ électrique dans la machine

4.6.7 Consommation d'énergie

La consommation de la centrifugeuse est mesurée grâce à un compteur d'énergie monophasé (*Legrand 046 70*) qui envoie 1 pulsation tous les 0,5 Wh. La consommation du générateur micro-ondes est mesurée également par un capteur monophasé (*Legrand 046 70*) et la consommation du système de balayage dans ses différentes configurations peut aussi être mesurée par un capteur du même type.

4.6.8 Volume et planéité du gâteau

L'objectif est de réaliser une cartographie de la surface du gâteau, une fois que les opérations de "filtration & essorage" ou "filtration & essorage & séchage" sont terminées. Cette cartographie va permettre de calculer le volume du gâteau.

Les mesures de la position de la surface du gâteau sont faites une fois la machine arrêtée et le couvercle ouvert.

Un capteur laser (*Bullier M5L-20 LED*, précision : 0,05 mm) va mesurer la distance entre le capteur et la surface du gâteau. Il a été placé sur un support fixe entre l'axe de la machine et le bord du panier.

Le système est doté d'un deuxième capteur de déplacement (*Vishay 34L*, de course totale 200 mm) qui va enregistrer la position verticale du capteur laser (Figure 4.31).

Pour pouvoir faire les mesures à différentes positions angulaires, le panier est marqué tous les 45° et on peut le tourner jusqu'à la position souhaitée.

Un programme permet d'automatiser la mesure de la surface du gâteau pour les différentes positions angulaires. Avec ce système la position spatiale de tous les points de la surface du gâteau peut être mesurée.

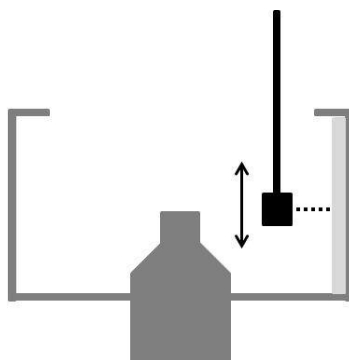


FIGURE 4.31 – Schéma du système de mesure de la position de la surface du gâteau

4.7 Adaptation aux produits textiles

Le dispositif a été adapté pour étudier la déshydratation assistée par micro-ondes des bobines textiles.

Un panier d'essoreuse a été conçu pour pouvoir recevoir une bobine textile.

4.7.1 Panier textile

Le panier a été spécialement prévu pour être transparent aux micro-ondes. Sa conception émane d'une collaboration entre Rousselet-Robatel et le CETIAT (Figure 4.32).



(a) Panier textile vide



(b) Panier textile avec bobine

FIGURE 4.32 – Panier d'essoreuse pour bobine textile

La bobine textile est tenue au centre par l'écrou qui fixe le panier. La bobine étant disposée autour d'un cylindre en plastique, l'écrou a été spécialement conçu pour avoir le même diamètre que le cylindre en plastique.

Pendant l'essorage la bobine se déforme. Pour contenir ces déformations, le panier a des parois qui maintiennent la bobine. Pour être le plus performant par rapport séchage micro-ondes, ces parois ont été conçues pour être transparentes aux micro-ondes.

En raison des efforts mécanique sur le panier, celui-ci doit être en acier inoxydable.

Chapitre 5

Matériels, produits et méthodes

Ce chapitre se compose de six parties au travers desquelles le dispositif expérimental sera présenté de façon succincte et les produits utilisés seront caractérisés.

Les différentes parties s'articulent comme suit :

- une présentation des différentes configurations du pilote,
- une étude de caractérisation des produits pulvérulents qui seront utilisés pour former des gâteaux de filtration,
- une étude sur la filtrabilité des gâteaux,
- l'exploitation des données d'essais de filtration centrifuge pour caractériser les gâteaux formés par centrifugation et comparaison avec les résultats de la partie précédente,
- dans la cinquième partie seront exploitées les données d'essorage pour obtenir les propriétés liées à la capillarité des gâteaux formés en utilisant les résultats du chapitre 3,
- Finalement une sixième partie portera sur la détermination expérimentale des propriétés diélectriques des produits formés en fonction de leurs températures et de leurs teneurs en eau.

5.1 Différentes configurations du dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (Figure 5.1) a été présenté dans le chapitre 4. Comme on l'a indiqué, il est adapté pour être utilisé avec deux familles de produits : les gâteaux de filtration et les bobines textiles. Plusieurs configurations expérimentales ont donc été mises en place pour adapter le système aux différentes conditions d'utilisation.

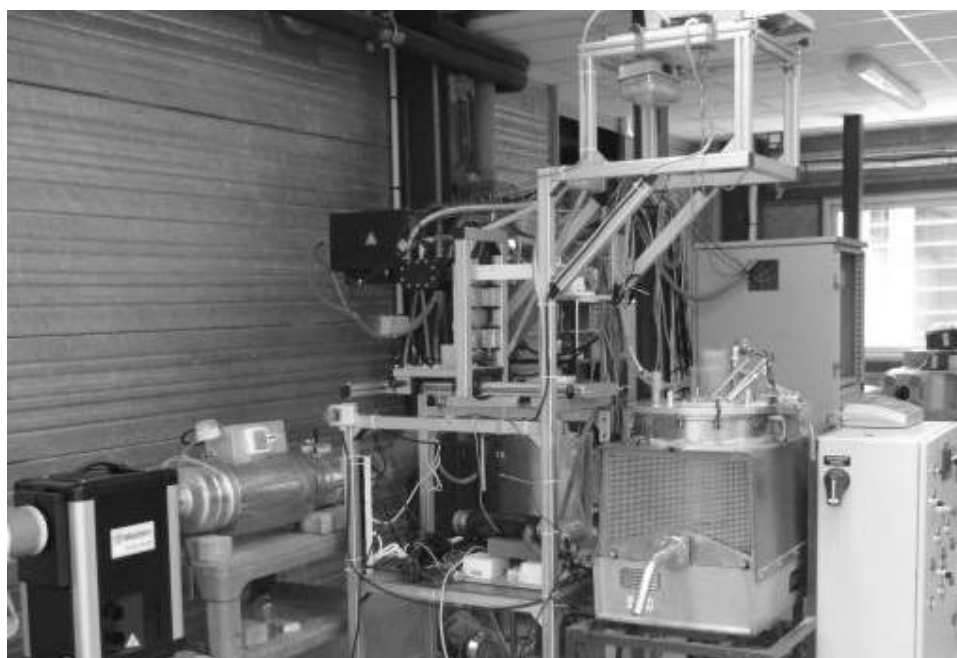


FIGURE 5.1 – Photographie du dispositif expérimental

L'instrumentation du pilote a été discutée au chapitre 4 et une vue synthétique de l'ensemble du dispositif est présentée sur la Figure 5.2.

Les trois configurations du pilote sont :

1. filtration et essorage de gâteau de filtration,
2. séchage MO des gâteaux de filtration,
3. essorage et séchage MO de bobine textile.

5.1. DIFFÉRENTES CONFIGURATIONS DU DISPOSITIF

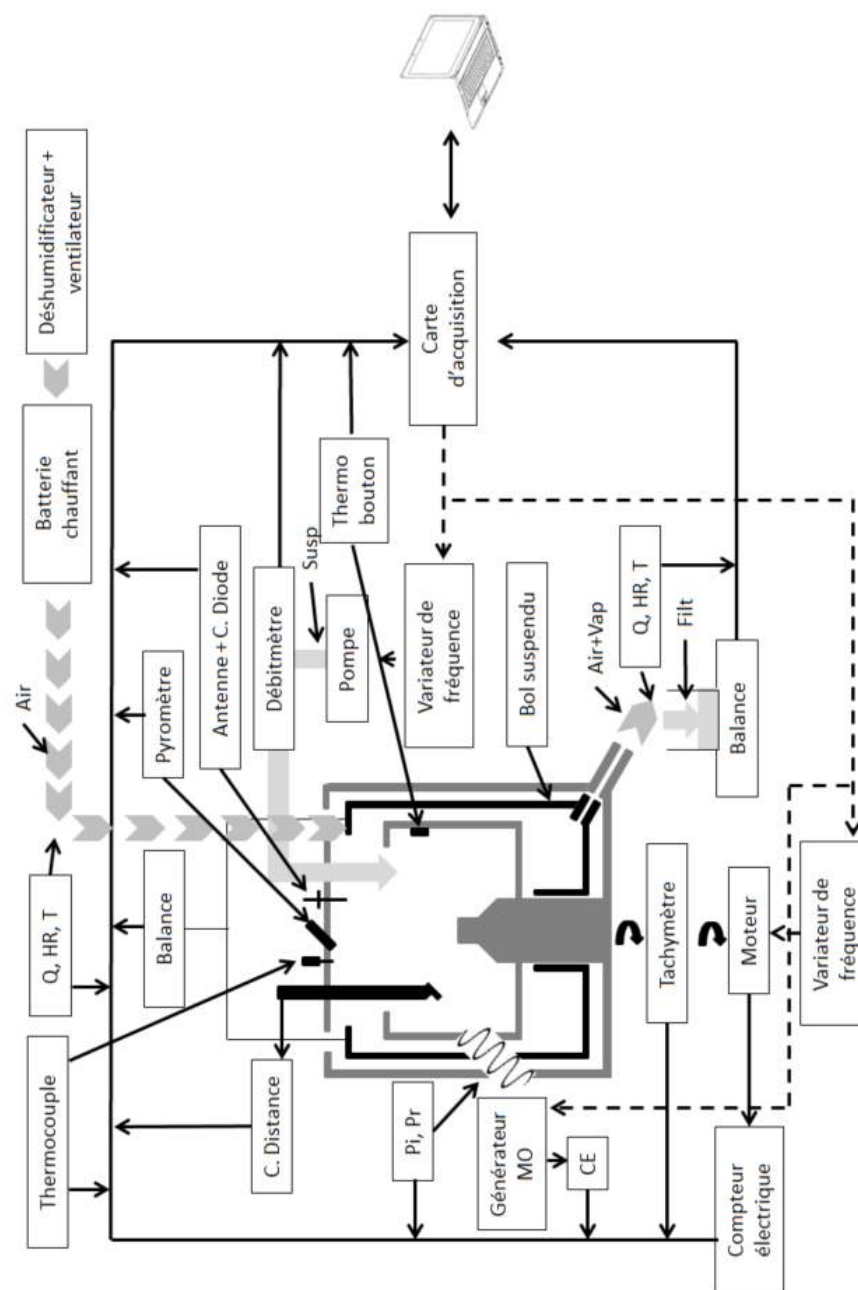


FIGURE 5.2 – Schéma du dispositif expérimental et des éléments de mesure

5.1.1 Configuration de filtration et d'essorage

Les différents éléments et capteurs utilisés dans cette configuration sont présentés sur la (Figure 5.3).

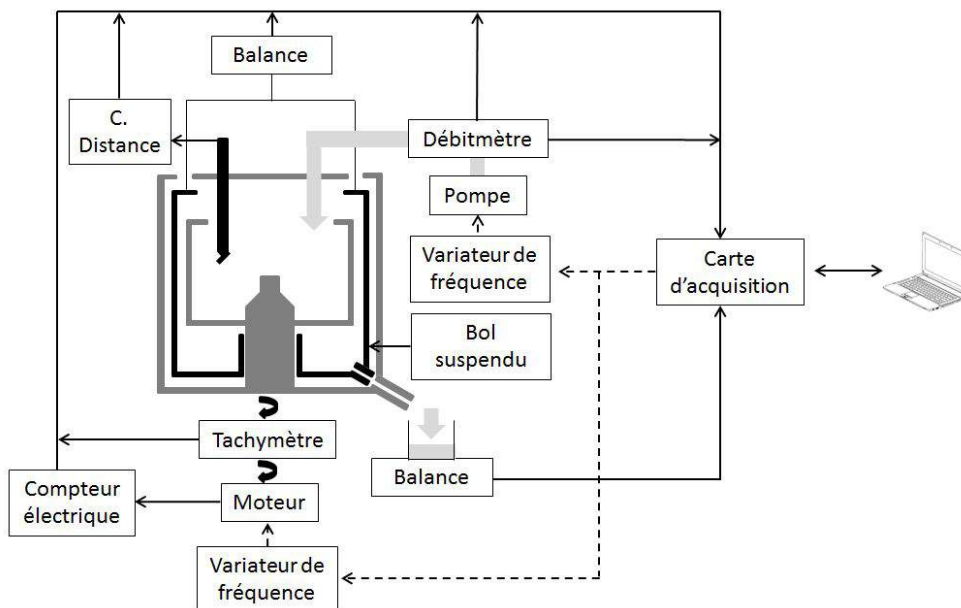


FIGURE 5.3 – Schéma du dispositif expérimental dans la configuration : filtration et essorage des gâteaux de filtration

Le protocole expérimental utilisé pour les essais menés dans cette configuration est expliqué dans l'annexe C.4.

5.1.2 Configuration de séchage MO de gâteaux de filtration

La configuration du dispositif expérimental instrumenté dédié à l'analyse de l'essorage assisté par micro-ondes ou du séchage est décrite sur la Figure 5.4.

Dans cette configuration, le système de double pesée a été enlevé car la condensation de vapeur sur le bol entache fortement la mesure de masse ce qui la rend inutile.

Le protocole expérimental utilisé avec cette configuration de la machine est détaillé dans l'annexe C.5.

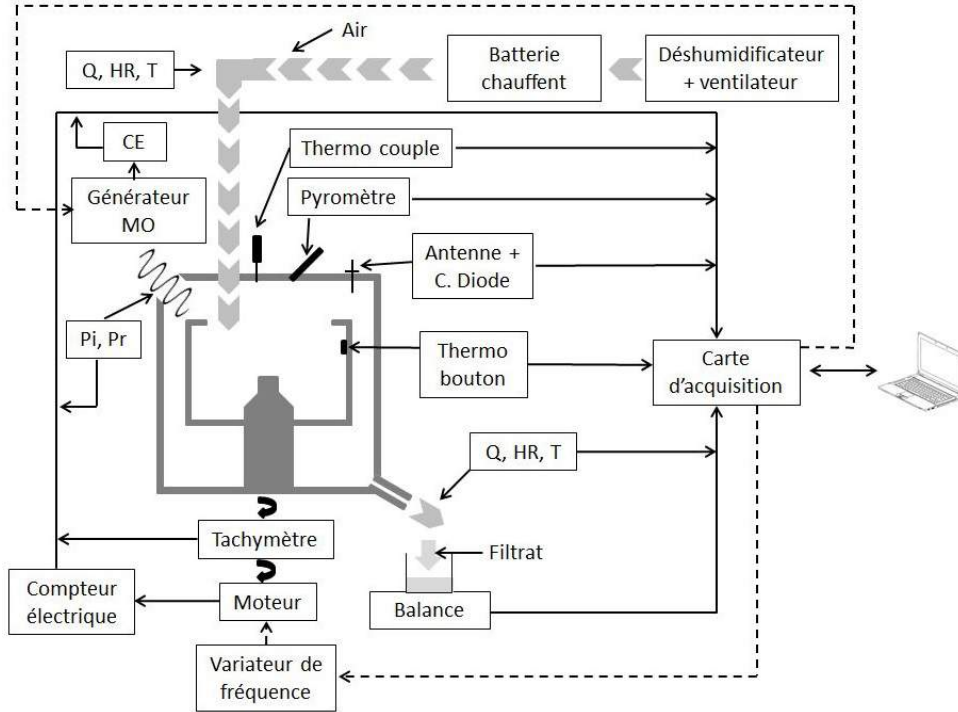


FIGURE 5.4 – Schéma du dispositif expérimental en configuration déshydratation assistée par MO

5.1.3 Configuration d'essorage et déshydratation assistée par MO de bobines textile

Le panier spécialement conçu pour recevoir la bobine textile est positionné dans la machine (Figure 5.5). L'instrumentation de la centrifugeuse est réduite. Les systèmes dédiés à la mesure des paramètres de filtration ont disparu, les thermo-boutons ne sont pas utilisés en raison de la difficulté pour les fixer à l'intérieur de la bobine et les pyromètres ne mesurent la température que dans la partie supérieure des bobines textiles.

Le protocole expérimental des essais réalisés avec cette configuration est détaillé dans l'annexe C.6.

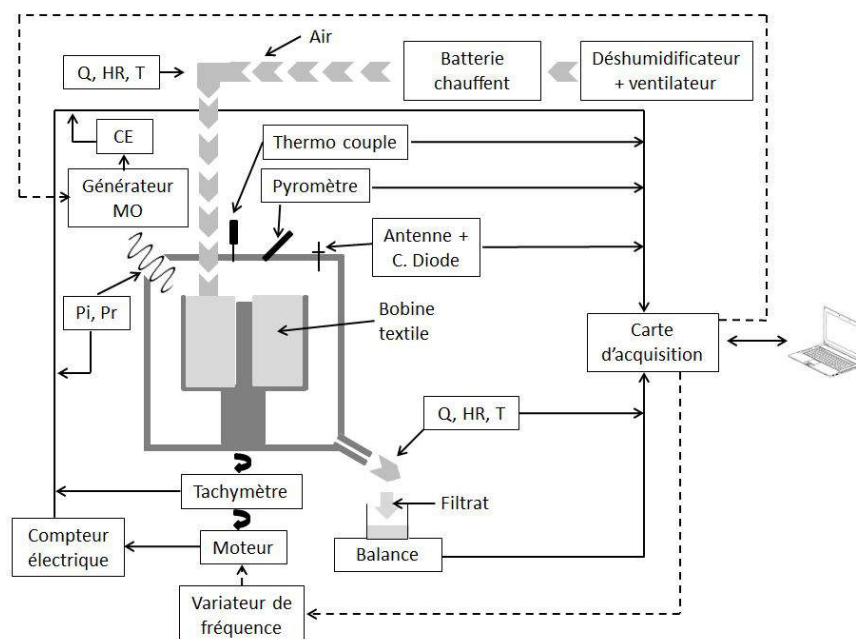


FIGURE 5.5 – Schéma du dispositif adapté à la déshydratation de bobine textile

5.2 Caractérisation des produits utilisés

Quatre produits pulvérulents ont été caractérisés :

- une poudre de talc de Luzenac,
- une suspension industrielle fournie par Arkema le Spath (fluorure de calcium),
- une poudre de PVC.

Dans cette partie, ne seront présentées que les analyses faites sur le talc Luzenac. Les résultats du Spath et du PVC seront inclus dans les annexes A et B.

5.2.1 Masse volumique

Pour un matériau pulvérulent plusieurs masses volumiques peuvent être définies [SG09] :

- masse volumique réelle ρ_s : c'est la masse volumique réelle du matériau constitutif des particules solides. La masse volumique peut être déterminée par des méthodes pycnométriques qui consistent à mesurer

le volume et la masse du solide. Ce volume peut être déterminé en utilisant un fluide capable de pénétrer à l'intérieur de la couche des particules pour en remplir toute la porosité, interne et externe. Pour les poudres le pycnomètre à hélium est généralement employé [SG09].

- masse volumique apparente ρ_p : elle est définie comme le rapport entre la masse et le volume total limité par son enveloppe géométrique, somme du volume de solide et du volume de gaz piégé dans les cavités des particules. Cette masse volumique apparente est inférieure à la masse volumique ρ_s , puisque la matière solide n'occupe pas entièrement le volume géométrique de la particule.

La valeur de la masse volumique est obtenue grâce à un pycnomètre à gaz pour le talc de Luzenac, sa valeur est dans le Tableau 5.1.

Produit	Masse volumique (kg/m^3)	Estimation d'erreur (kg/m^3)	Estimation d'erreur (%)
Talc	2796	± 4	$\pm 0,14$

Tableau 5.1 – Masse volumique obtenue avec un pycnomètre à gaz (talc)

La mesure de la masse volumique apparente a été réalisée de deux façons différentes. En premier lieu, un plongeur calibré suspendu à une balance a été utilisé avec des suspensions à différentes concentrations. Grâce à la Poussée d'Archimède et la masse volumique de l'eau (en fonction de la température [Oli89]), la masse volumique apparente de la suspension peut être calculée.

En second lieu, des gâteaux de filtration ont été formés dans la colonne de filtration à différentes pressions (Annexe C.1.2), les gâteaux étaient saturés en eau et leurs volumes étaient connus grâce à la position du piston. Les gâteaux ont été pesés, séchés dans l'étuve à $105^\circ C$ et repesés. La masse du gâteau sec, la masse d'eau, le volume total du gâteau et la masse volumique de l'eau sont des valeurs connues. Si on suppose les gâteaux saturés, la masse volumique apparente du talc peut être calculée.

Le valeur de la masse volumique du talc Luzenac est montré dans le Tableau 5.2.

5.2.2 Répartition granulométrique

L'analyse granulométrique d'une poudre consiste à déterminer la taille d'un ensemble significatif et représentatif de particules, puis à présenter les résultats obtenus sous la forme d'une distribution ou d'une répartition granulométrique [SG09].

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

Technique	Masse volumique (kg/m^3)	Estimation d'erreur (kg/m^3)	Estimation d'erreur (%)
Plongeur calibré	2715	± 60	$\pm 2,2$
Colonne de filtration	2625	± 100	$\pm 3,8$

Tableau 5.2 – Masse volumique apparente (talc)

La technologie utilisée a été la granulométrie par diffraction laser en voie liquide, avec comme liquide l'eau ([Cha96]). Pour chaque produit deux analyses ont été faites, la première sans utilisation d'ultrasons lors de la dispersion et l'autre avec ultrasons pendant 60 s (Tableaux 5.3 et 5.4).

Produit	$d_{10\%}(\mu m)$	$d_{50\%}(\mu m)$	$d_{90\%}(\mu m)$
Talc	4,97	18,52	43,81

Tableau 5.3 – Analyse granulométrique du talc sans US

Une légère diminution du diamètre moyen des particules est observée lors de l'application des ultrasons, $d_{50\%}(\mu m)$ passe de 18,52 μm à 17,7 μm . Les ultrasons ont eu pour effet la désagglomération des particules.

Produit	$d_{10\%}(\mu m)$	$d_{50\%}(\mu m)$	$d_{90\%}(\mu m)$
Talc	4,67	17,07	39,50

Tableau 5.4 – Analyse granulométrique du talc avec US

Les courbes de passants relatives avec et sans ultrasons pour le talc sont présentées sur la Figure 5.6.

Une courbe de passants cumulés a aussi été représentée (Figure 5.7).

Des images des poudres de talc ont été prises au microscope électronique (modèle : *Fei 250 Quanta Feg*) et sont présentées sur les Figures 5.8, 5.9 et 5.10. Le traitement des images prises permet de déterminer la taille de quelques particules. Les valeurs de taille de particule ainsi obtenues sont dans la plage de diamètre donnée par l'analyse granulométrique.

5.2. CARACTÉRISATION DES PRODUITS UTILISÉS

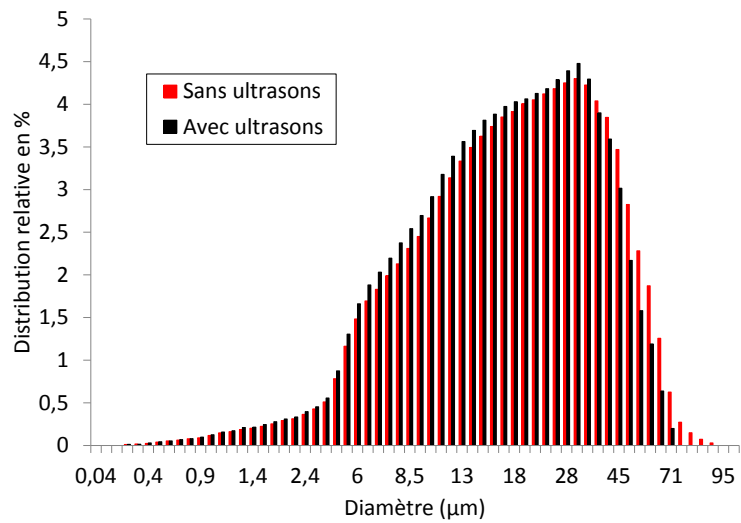


FIGURE 5.6 – Analyse granulométrique, courbe de passant relative

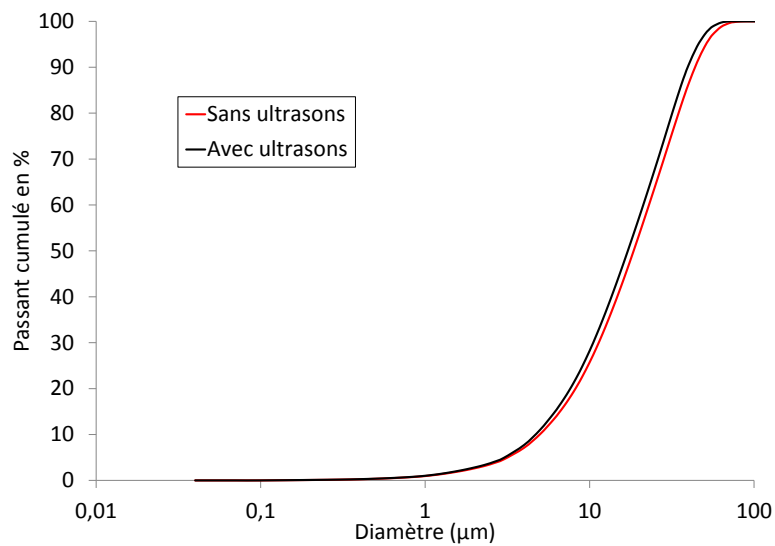


FIGURE 5.7 – Analyse granulométrique, courbe de passants cumulées

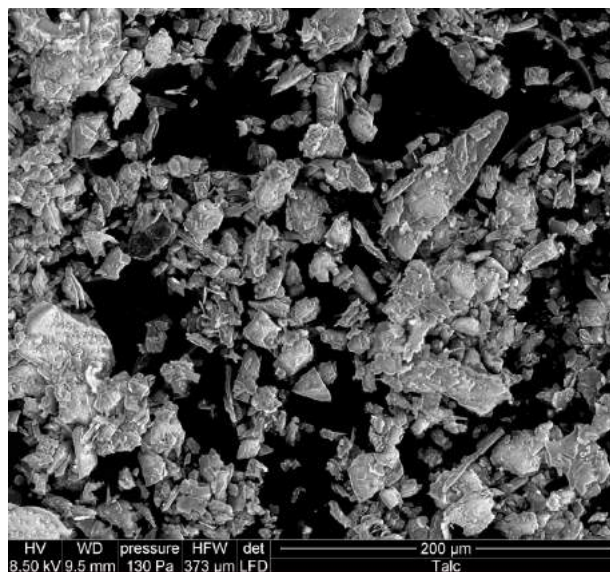


FIGURE 5.8 – Photo de particules de talc au microscope électronique, échelle 200 μm

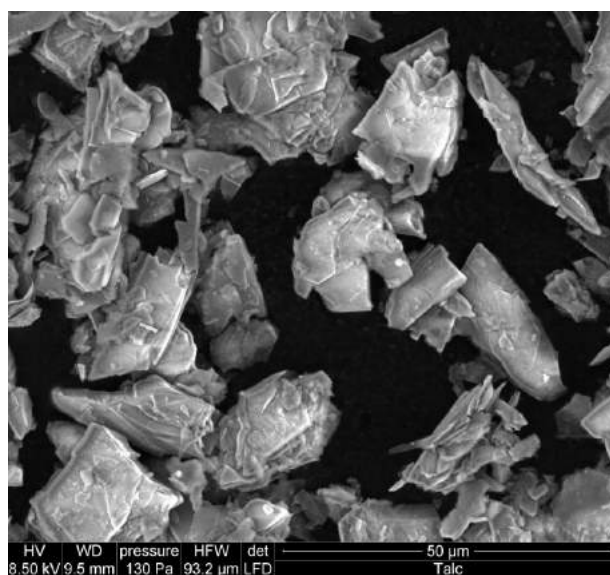


FIGURE 5.9 – Photo de particules de talc au microscope électronique, échelle 50 μm

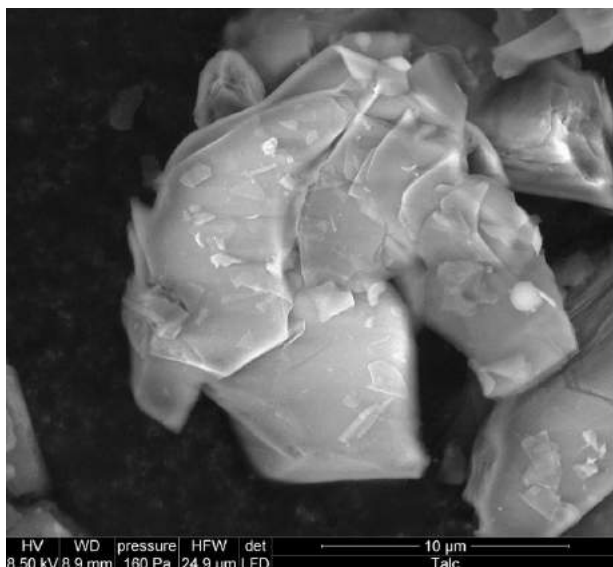


FIGURE 5.10 – Photo de particules de talc au microscope électronique, échelle $10\ \mu m$

5.2.3 Vitesse de sédimentation

L'objectif est de déterminer la relation entre la vitesse de décantation de particules dans une suspension en fonction de la concentration. Pour déterminer la vitesse de décantation, on va utiliser une colonne d'un mètre de haut dans laquelle on va mettre la suspension et la laisser décanter.

L'hypothèse posée par Kynch [Kyn52] stipule que la vitesse de sédimentation ne dépend que de la concentration locale en solide. La vitesse de chute des particules est alors une fonction décroissante de la concentration en solide.

Le système expérimental pour analyser la décantation est composé d'une colonne de décantation, d'une pompe à vide et d'une fiole de garde (Figure 5.11). La pompe à vide va permettre de faire une dépression dans la colonne. Il faut s'assurer que tous les robinets soient bien fermés. Ensuite, on ouvre le robinet 1 et grâce à la dépression, la suspension monte à l'intérieur de la colonne. Il faut laisser l'agitateur fonctionner lorsque la suspension monte dans la colonne pour éviter qu'elle ne commence à décanter à l'intérieur du bac.

Lorsque la suspension est dans la colonne, on ferme le robinet 1 et on arrête la pompe. Pour homogénéiser la suspension on ouvre le robinet 2,

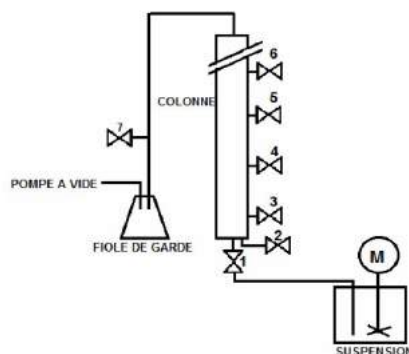


FIGURE 5.11 – Schéma d'une colonne de décantation

ce qui permet de faire monter une bulle d'air à l'intérieur de la colonne. Lorsqu'elle atteint le haut de la colonne on lance le chronomètre et au cours du temps on mesure la hauteur de l'interface entre le liquide surnageant et les sédiments (la procédure expérimentale est précisée dans l'annexe C.2).

Les vitesses de sédimentation pour différentes concentrations sont obtenues en utilisant l'évolution de la hauteur avec le temps et en se basant sur le modèle de sédimentation de Kynch [Kyn52] et [BEAB99].

Résultats obtenus pour le talc :

Des expériences ont été réalisées pour trois concentrations :

- Concentration 1 = $0,10 \text{ kg/l}$
- Concentration 2 = $0,16 \text{ kg/l}$
- Concentration 3 = $0,24 \text{ kg/l}$

Les différentes expériences ont toutes été réalisées dans la colonne de décantation dans laquelle on verse un volume de suspension proche de $4,5 \text{ l}$ ce qui représente une hauteur de 700 mm . A partir des courbes $h(t)$ d'évolution de la hauteur de l'interface, l'équation de la partie linéaire de la courbe est déterminée et son coefficient directeur correspond (au signe près) à la vitesse de décantation des particules solides pour la concentration initiale de la suspension. L'exploitation de la courbe $h(t)$ dans la zone de ralentissement, permet, en utilisant la procédure proposée par Kynch [Kyn52], de déterminer la vitesse de sédimentation pour une gamme de concentration comprise entre la concentration initiale et une concentration maximale dépendant de l'essai.

Les trois courbes ont été tracées sur la Figure 5.12 à partir des relevés de hauteur en fonction du temps pour trois concentrations différentes.

5.2. CARACTÉRISATION DES PRODUITS UTILISÉS

Concentration (kg/l)	0,10	0,16	0,24
V décantation (mm/min)	6,6	3,0	1,8
V décantation (m/h)	0,40	0,18	0,11

Tableau 5.5 – Vitesse de décantation pour le talc et la concentration initiale

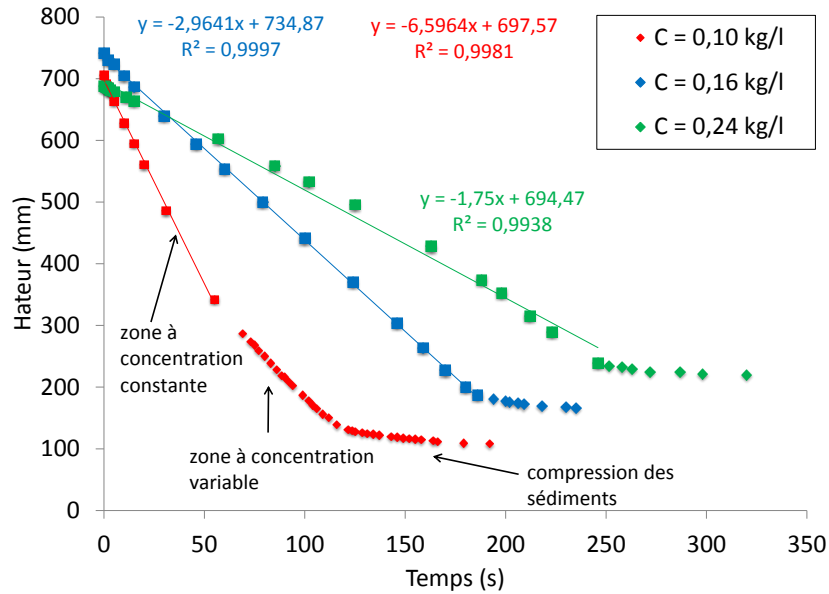


FIGURE 5.12 – Courbes de décantation de suspensions de talc pour différentes concentrations

Les vitesses de chute déduites des courbes de décantation en fonction de la concentration de la suspension sont reportées sur la Figure 5.13.

On constate, comme classiquement, que l'allure des courbes obtenues peut être représentée par une loi puissance du type $v(c) = b * C^m$ dont la représentation sur un graphe log-log est linéaire. On observe que les points expérimentaux des trois essais se reportent sur une droite unique, montrant ainsi la cohérence des résultats obtenus (Figure 5.14).

Le Tableau 5.6 présente les équations qui permettent de traduire l'évolution de la vitesse de sédimentation avec la concentration.

Dans le graphique (Figure 5.14) on observe que les trois droites sont presque parallèles, en effet le coefficient directeur m varie au maximum de

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

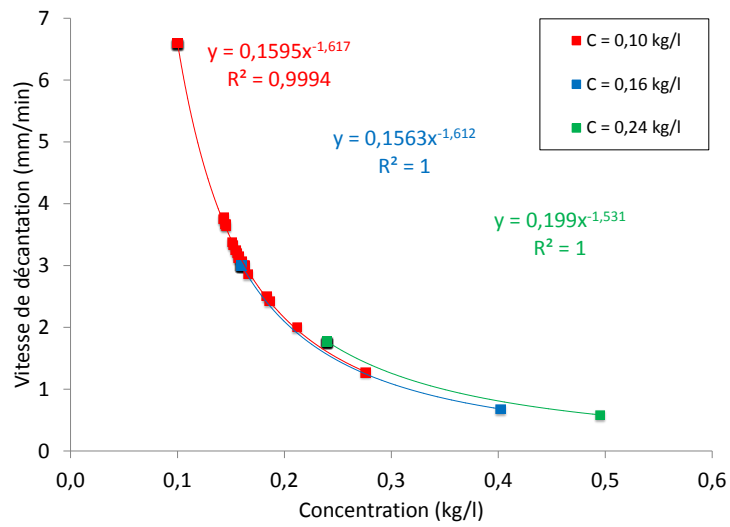


FIGURE 5.13 – Vitesse de décantation en fonction de la concentration à partir des 3 essais réalisés

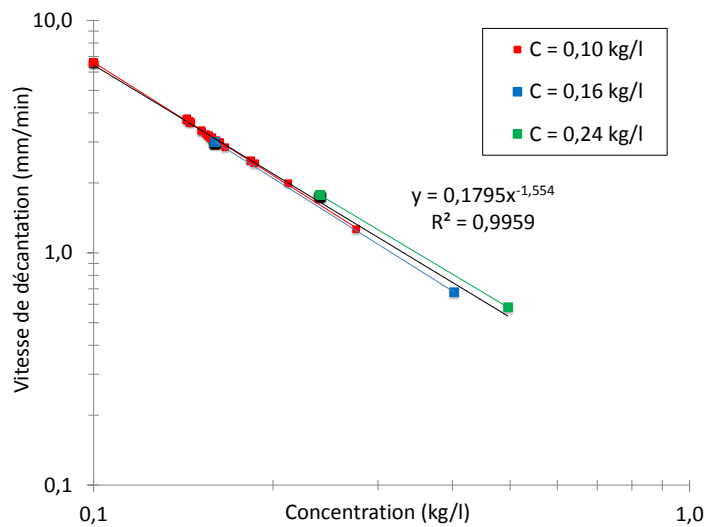


FIGURE 5.14 – Représentation en échelle log-log de la vitesse de décantation en fonction de la concentration

5.2. CARACTÉRISATION DES PRODUITS UTILISÉS

C (kg/l)	Équation de V (mm/min)	Coeff de corrélation
0,10	$y = 0,1595x^{-1,617}$	0,999
0,16	$y = 0,1563x^{-1,612}$	1
0,24	$y = 0,199x^{-1,531}$	1

Tableau 5.6 – Équations de la vitesse de décantation pour le talc

1,531 à 1,617 soit une incertitude de 5 %. Si l'abscisse à l'origine sont comparés $\log(b)$ l'écart maximal est de 21 %. Il y a donc une bonne répétabilité des résultats.

5.2.4 Étude expérimental du séchage convectif de gâteau de talc

Le procédé de séchage est complexe et expérimentalement l'obtention de la cinétique de séchage est importante pour comprendre le comportement du produit. En particulier, pour des matériaux très hygroscopiques les interactions entre l'eau et le matériau sont fortes et le coût énergétique du séchage fortement impacté. On distingue généralement l'eau libre, fraction d'eau n'interagissant pas avec la surface du matériau et l'eau liée qui elle a développée des liaisons avec le matériau à sécher.

Dans le cas spécifique du séchage diélectrique, le rendement de conversion d'énergie, à une fréquence donnée, va dépendre de l'état de l'eau dans le matériau, le rendement maximum étant obtenu pour une fréquence donnée, appelée *fréquence de relaxation* qui n'est pas la même pour l'eau libre et l'eau liée.

La détermination expérimentale de la cinétique de séchage, pour un produit donné, permet de mettre en évidence la quantité d'eau libre et d'eau liée dans le produit.

Essais de séchage en tunnel convectif :

Les essais ont été réalisés sur la boucle de séchage du département TREFLE de l'I2M.

Le tunnel convectif permet de réguler les différents paramètres de l'air utilisé pour sécher le produit comme la température, l'humidité relative et la vitesse de l'air à l'entrée de la veine de séchage. Le produit est positionné au milieu de la veine de séchage, sur un support qui repose sur une balance.

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

L'enregistrement de la masse du produit pendant le séchage est possible grâce au dispositif décrit sur la Figure 5.15.

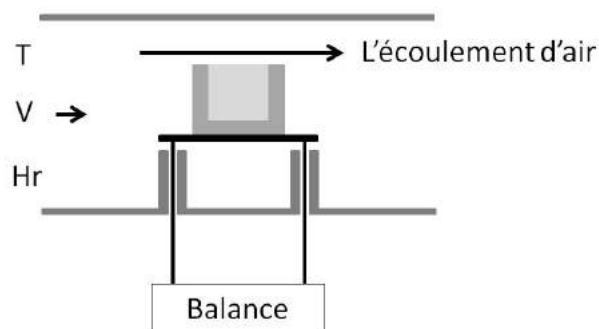


FIGURE 5.15 – Dispositif de mesure de la masse du produit en cours de séchage

Le produit séché est constitué d'un gâteau de filtration formé dans une cellule de filtration compression. Les gâteaux sont formés à une pression de filtration permettant d'obtenir une porosité proche de celle des gâteaux formés par filtration centrifuge. Ils sont initialement saturés. Pour faciliter l'analyse du séchage convectif, un porte échantillon a été conçu pour couvrir et isoler toutes les surfaces du gâteau de filtration sauf la surface supérieure au niveau de laquelle se feront les transferts de matière (Figure 5.16).



FIGURE 5.16 – Porte échantillon pour les gâteaux de filtration

Avant de commencer l'essai, les paramètres opératoires sont imposés au tunnel (température, humidité relative et vitesse de l'air dans la chambre de séchage). Quand le tunnel est stabilisé dans les conditions souhaitées

(maintenues constantes pendant tout l'essai), l'échantillon est placé dans la chambre de séchage sur le support relié à la balance, avec la surface ouverte parallèle au courant d'air. Le programme de supervision du dispositif est lancé et la masse du gâteau au cours du temps est enregistrée. Grâce à ces données, l'évolution de la masse d'eau dans l'échantillon au cours du temps est connue.

Séchage convectif d'un gâteau de talc :

La cinétique de séchage correspond à l'évolution du flux-masse d'eau en fonction de la teneur en eau du produit. L'évolution de cette courbe est différente selon le caractère hygroscopique plus ou moins marqué du produit (Figure 5.17).

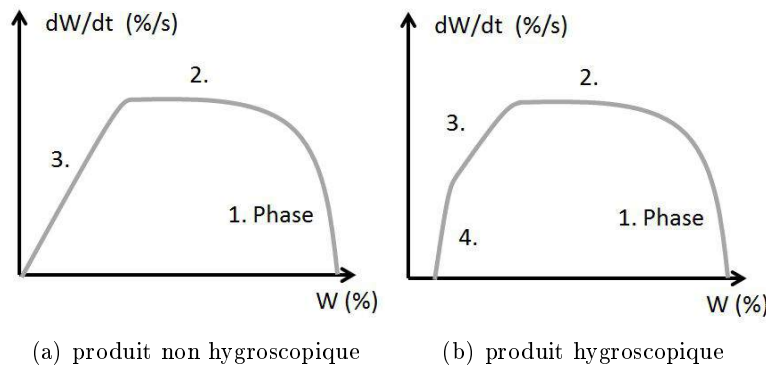


FIGURE 5.17 – Cinétique de séchage pour des produits présentant ou non un caractère hygroscopique

Dans les deux cas, dans un premier temps, la courbe de flux-masse présente une phase de mise en température de l'échantillon pendant laquelle le flux-masse augmente. Dans un second temps, le flux-masse se stabilise. Au cours de cette phase isenthalpe du séchage, l'eau libre se déplace de l'intérieur du milieu poreux jusqu'à la surface d'échange et c'est cette surface d'évaporation qui limite la perte en eau. Dans un troisième temps, le flux d'eau qui arrive à la surface du gâteau est plus faible que le flux qui peut être évaporé en surface et le front de séchage commence à entrer dans le produit. Durant cette phase de ralentissement, le flux-masse décroît en montrant une évolution linéaire.

Si le produit n'est pas hygroscopique (Figure 5.17.a), le flux-masse décroît de la même façon jusqu'à la fin du séchage.

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

Par contre, pour un produit hygroscopique (Figure 5.17.b), une quatrième phase va apparaître, où toute l'eau libre présente dans le produit va disparaître et la vitesse d'évaporation d'eau va présenter un deuxième changement de pente. L'apparition de ce deuxième changement de pente va être révélateur de l'existence d'eau liée.

Pour définir la quantité d'eau liée, on peut dire qu'elle est proche de la teneur en eau au début de la quatrième phase.

Pour obtenir les cinétiques de séchage du talc, quatre essais ont été effectués dans des conditions de séchage différentes (température, humidité relative et vitesse d'air variables) (Figure 5.18).

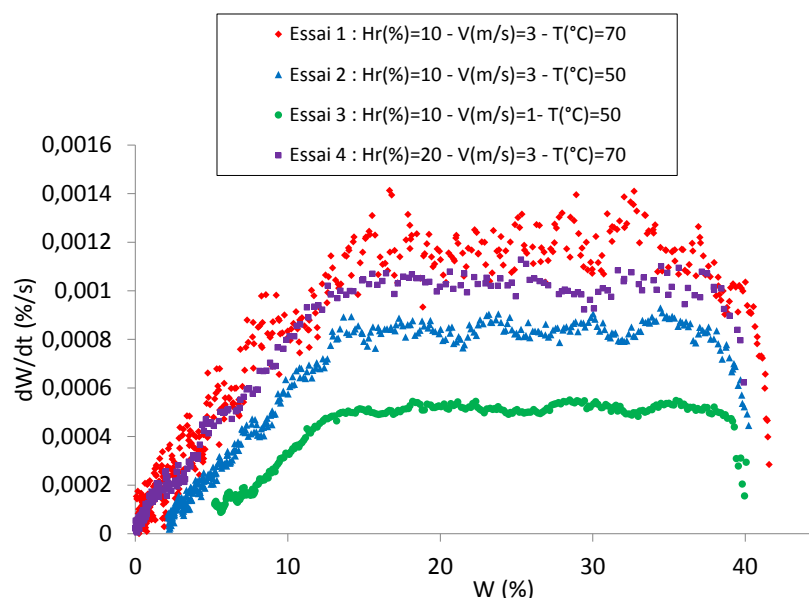


FIGURE 5.18 – Cinétiques de séchage du talc pour différentes conditions de séchage

La figure 5.18 met en évidence 3 périodes bien marquées. L'absence de la quatrième période indique que le talc n'est pas un matériau hygroscopique.

Une autre façon de mettre en évidence les différentes périodes de séchage consiste à relever les températures à différentes profondeurs dans le gâteau. Quatre thermocouples disposés tous les 10 *mm* depuis le fond du gâteau ont été utilisés pour enregistrer l'évolution des températures. Celles-ci sont reportées sur la Figure 5.19, dans le cas de l'essai 3.

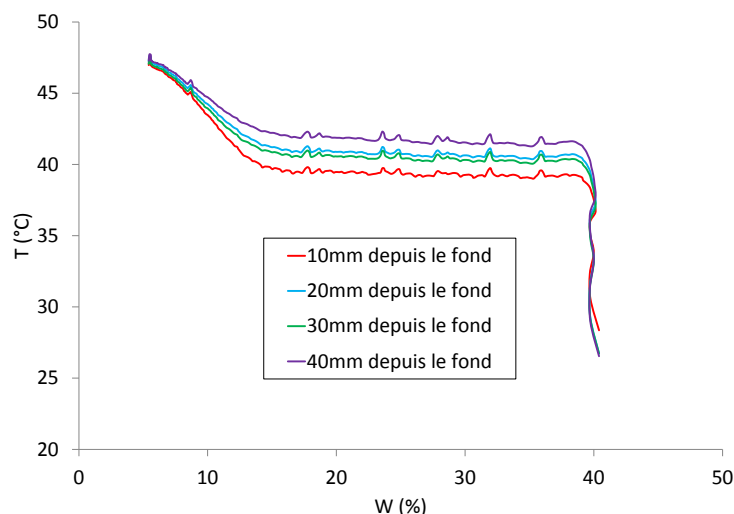


FIGURE 5.19 – Évolution des températures pour différentes hauteurs dans le gâteau en fonction de la teneur en eau

La variation de température avec la teneur en eau montre de façon très claire les trois périodes du séchage et ce pour les différentes positions de mesure.

Le talc est donc un produit non hygroscopique, ou, tout du moins qui fait apparaître une fraction d'eau liée très faible.

5.3 Caractérisation des gâteaux en cellule de filtration

Les gâteaux de filtration de talc ont été caractérisés par le biais d'essais de filtration à pression constante réalisés avec une cellule de filtration compression (banc de filtration 9044 de l'IFTS). Les propriétés des gâteaux ainsi obtenues seront, par la suite, comparées aux propriétés des gâteaux de filtration centrifuge.

Le protocole expérimental suivi pour ces essais est détaillé dans l'annexe C.1.

Les trois concentrations différentes utilisées correspondent à celles des suspensions des essais de filtration centrifuge (Tableau 5.7).

Pour chacune des concentrations, des essais à 6 pressions différentes (de 1 à 6 bar) ont été réalisés. Le média filtrant retenu est une toile 25303AM

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

	C (kg_{talc}/l_{eau})	f_m (kg_{talc}/kg_{eau})
Concentration 1	0,10	0,09
Concentration 2	0,16	0,14
Concentration 3	0,24	0,19

Tableau 5.7 – Concentrations utilisées dans les essais en cellule de filtration

de SEFAR Filtys (la même que celle employée pour fabriquer la poche de filtration de l'essoreuse) ayant une épaisseur de $410 \mu m$. Le diamètre interne de la cellule est de $70 mm$.

Par rapport à l'épaisseur du gâteau, l'objectif était d'obtenir un gâteau ayant une épaisseur proche de $10 mm$ équivalente à celle des gâteaux formés dans l'essoreuse.

5.3.1 Porosité

La porosité d'un gâteau de filtration est obtenue en déterminant :

- le volume du gâteau V_{total} ,
- la masse de gâteau sec m_{talc} ,

On a, en effet :

$$\epsilon = \frac{V_{pore}}{V_{total}} = \frac{V_{total} - V_{p_{talc}}}{V_{total}} = \frac{V_{total} - \left(\frac{m_{talc}}{\rho_{p_{talc}}}\right)}{V_{total}} \quad (5.1)$$

les valeurs de porosité ainsi obtenues sont regroupées dans la Tableau 5.8. La précision de la porosité est principalement conditionnée par la mesure précise du volume du gâteau, une variation de la mesure de la hauteur de $\pm 0,5 mm$ (imprécision probable avec la mesure faite avec le pied à coulisse) génère des incertitudes de mesure de $\pm 2 \%$ dans la porosité du gâteau.

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)					
	1	2	3	4	5	6
0,10	0,60	0,55	0,56	0,57	0,55	0,56
0,16	0,62	0,56	0,56	0,56	0,54	0,54
0,24	0,61	0,54	0,57	0,56	0,57	0,56

Tableau 5.8 – Porosité des gâteaux de talc pour différents concentrations et pressions de filtration

5.3. CARACTÉRISATION EN CELLULE DE FILTRATION

L'ensemble des gâteaux ont des valeurs de porosité voisines $55,5 \pm 1,5 \%$, sauf pour une pression de 1(bar) où la porosité est un peu supérieure ($\epsilon = 61 \%$). Mais les valeurs de porosité ne sont pas très précises en raison aux imprécisions des mesures des volumes des gâteaux.

5.3.2 Perméabilité

À partir des données relevées lors de la filtration (masse de filtrat en fonction du temps), la courbe $t/V = f(V)$ peut être tracée. À partir des données expérimentales et en utilisant l'équation de Ruth (Section 2.1.1) dans la phase de filtration, la résistance spécifique des gâteaux a été déterminée (Tableau 5.9).

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)					
	1	2	3	4	5	6
0,10	3,6E10	5,7E10	6,0E10	8,2E10	7,7E10	8,6E10
0,16	3,3E10	4,5E10	6,0E10	6,3E10	6,4E10	7,1E10
0,24	2,4E10	3,6E10	4,9E10	5,1E10	5,8E10	6,5E10

Tableau 5.9 – Résistance spécifique des gâteaux de talc (m/kg)

À partir des valeurs obtenues pour la résistance spécifique α , la perméabilité du gâteau peut être calculée en utilisant la relation $k = \frac{1}{\alpha(1-\epsilon)\rho_s}$, (Tableau 5.10).

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)		
	1	2	3
0,10	2,33E – 14	1,49E – 14	1,41E – 14
0,16	2,53E – 14	1,87E – 14	1,42E – 14
0,24	3,47E – 14	2,33E – 14	1,73E – 14

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)		
	4	5	6
0,10	1,03E – 14	1,11E – 14	9,9E – 15
0,16	1,35E – 14	1,33E – 14	1,19E – 14
0,24	1,65E – 14	1,45E – 14	1,31E – 14

Tableau 5.10 – Perméabilité des gâteau de talc (m^2)

La perméabilité diminue avec la pression de filtration. De même, on note

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

un effet de la concentration de la suspension. Lorsque la concentration augmente la valeur de la perméabilité est plus élevée, à pression de filtration constante.

Pour résumer, la résistance spécifique du gâteau augmente en fonction de la pression, ce qui traduit bien le fait que le gâteau n'est pas rigoureusement incompressible.

Pour expliquer les variations dans les résultats, les différentes incertitudes sont à considérer.

En premier lieu, les pertes en talc dans le filtrat peuvent être considérées comme négligeables par rapport à la concentration initiale de la suspension.

En second lieu, à la fin de l'expérimentation, il faut essayer de récupérer le gâteau dans son intégralité, cependant il y a toujours des pertes de solide.

En troisième lieu, les écarts que l'on a observés peuvent provenir des incertitudes au niveau de la mesure de la porosité du gâteau.

En quatrième lieu, il y a aussi des incertitudes au niveau de la pression dans la cellule, car bien qu'elle soit réglée à la consigne demandée, son évolution au cours du temps n'est pas connue, il peut y avoir des fluctuations surtout lors de la mise sous pression de la cellule.

Finalement, le talc est un produit qui décante vite. Normalement l'évolution de $t/V = f(V)$ est linéaire or, dans ce cas il s'agit du débit de filtrat qui est constant car $V = f(t)$ est une droite. Les effets sur les courbes sont importants dans ce cas, car lors de l'expérimentation, la suspension est restée trop longtemps dans la cellule avant la mise sous pression et l'acquisition des données expérimentales. Donc la suspension a eu le temps de décanter et de former une couche de sédiments. Il est possible que la décantation ait donc un impact sur nos résultats, même si on obtient des courbes $t/V = f(V)$ proches aux droites, un exemple de courbe est montré dans la Figure 5.20 (concentration 0,10 kg/l et pression 3 bar).

5.3.3 Détermination des paramètres de compressibilité des gâteaux de talc

Dans les différents essais effectués sur le banc de filtration pour différentes pressions appliquées, des changements de porosité, résistance spécifique et perméabilité, en fonction de la pression appliquée sont apparus. Pour quantifier le phénomène de compressibilité, les paramètres de compressibilité ont été calculés. Les paramètres de compressibilité sont calculés à partir des données des essais en cellule de filtration pour les différentes pressions et en utilisant les relations développées dans la partie 2.1.2.3 (Figure 5.21).

5.3. CARACTÉRISATION EN CELLULE DE FILTRATION

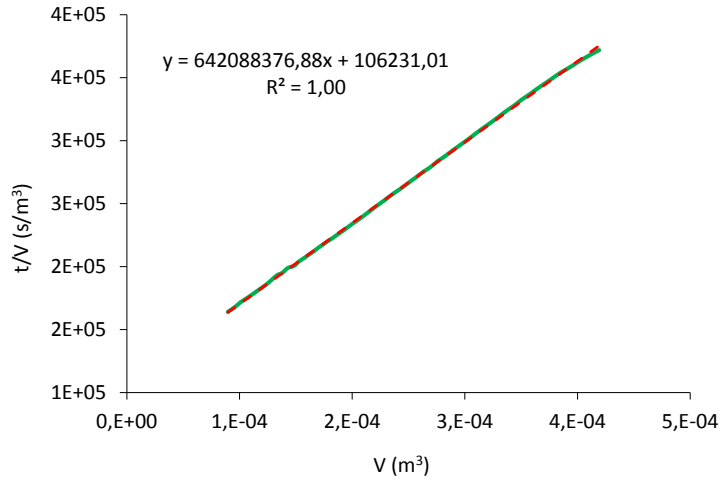


FIGURE 5.20 – Courbe de filtration $t/V = f(V)$, concentration 0,10 kg/l et pression 3 bar

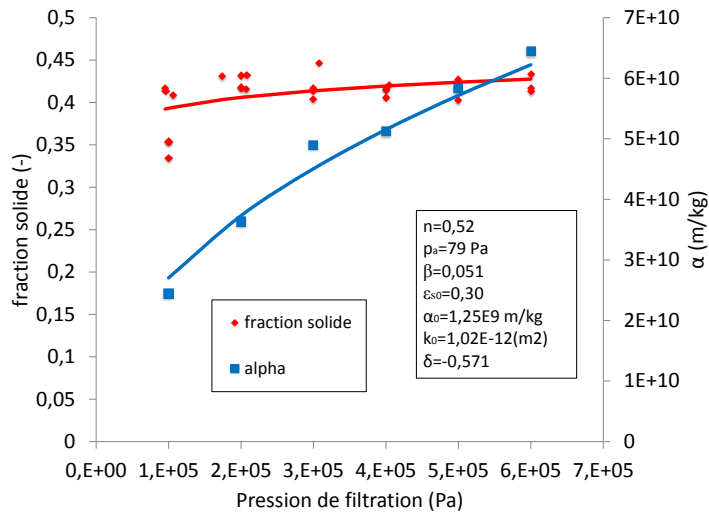


FIGURE 5.21 – Graphique des évolutions de α et ϵ_s en fonction la pression appliqué

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

Les indices de compressibilité moyens obtenus pour les différentes concentrations de suspension de talc sont montrés à continuation :

Paramètres	Valeur
n	0,52
α_0	1,25E 9
p_a	79
β	0,051
ϵ_0	0,30
δ	-0,571
k_0	1,02E-12

Tableau 5.11 – Paramètres de compressibilité pour le talc

Nous pouvons constater que le talc est classé entre faiblement et modérément compressible.

5.4 Filtration centrifuge

Dans cette partie, on s'intéresse à la caractérisation des gâteaux de filtration formés dans l'essoreuse. En effet, s'il est possible de déterminer la structure d'un gâteau formé par centrifugation via des outils de caractérisation spécifiques (CCP, CFC), il est toujours utile (et rassurant) d'identifier cette structure à partir de mesures effectuées dans la centrifugeuse sur le gâteau de centrifugation.

L'objectif principal est de définir les propriétés du gâteau (perméabilité et porosité) et du média filtrant (résistance du média filtrant), qui vont caractériser le gâteau de filtration. La procédure expérimentale développée pour estimer ces paramètres est expliquée dans le chapitre 3.

Pour valider la procédure expérimentale, des essais à différentes vitesses de rotation ont été réalisés (1000, 1500, 3000 et 4000 t/min). Tous les essais ont été effectués en utilisant une sous toile fine de drainage (épaisseur de 0,8 mm).

De plus, pour analyser la qualité du filtrat d'un essai de filtration centrifuge et vérifier que la quantité de solide dans le filtrat est négligeable, des mesures de MES (masse de matière en suspension dans le filtrat) à différents instants de la filtration ont été réalisées.

5.4.1 Détermination de la porosité du gâteau

La porosité du gâteau est un paramètre fondamental pour la caractérisation du gâteau, parce que la perméabilité et la pression d'entrée en sont dépendantes.

La détermination expérimentale de la porosité pose des problèmes et nécessite de connaître avec une bonne précision le volume du gâteau.

Différentes méthodes ont été développées pour mesurer la porosité du gâteau. Un premier système de carottage a été conçu pour enlever des échantillons de gâteau de 15 mm de diamètre sur l'épaisseur du gâteau. Les échantillons prélevés sont alors séchés dans l'étuve à 105°C et pesés pour avoir la masse de talc. Le problème principal de cette méthode est la détermination précise du volume d'échantillon, parce que des petites imprécisions de mesure de hauteur de l'échantillon génèrent des grandes incertitudes sur la porosité.

Une deuxième méthode de prélèvement d'échantillon de taille plus importante a été conçue, mais la courbure de la surface de l'échantillon rendait difficile la détermination du volume et la préservation de l'intégrité de la carotte pendant son extraction posait problème.

Une troisième méthode a été développée. À partir de la détermination de la position de la surface du gâteau en fin d'essai, grâce au capteur laser présenté précédemment (section 4.6.8) d'une part, et de celle de la toile sur le panier obtenue à vide, d'autre part le volume du gâteau a pu être calculé par intégration (Figure 5.22). Pour valider la mesure, deux tranches verticales complètes du gâteau (200 mm) sont découpées à la fin de chaque essai et mesurées avec un pied à coulisse tous les 5 mm .

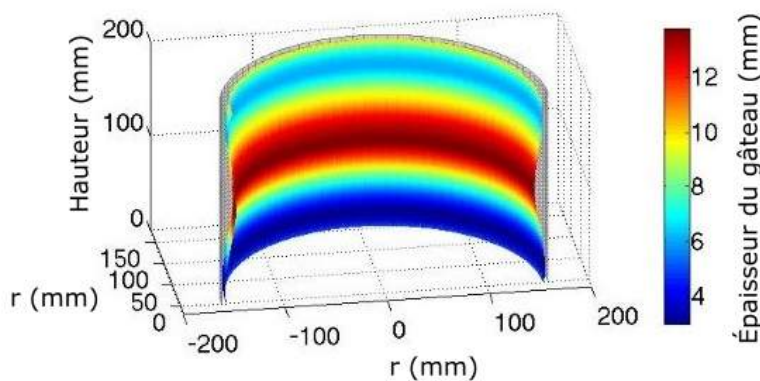


FIGURE 5.22 – Exemple de reconstruction de la surface du gâteau

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

Pour déterminer la masse de talc dans le gâteau, le gâteau humide et la poche de filtration humides sont pesés, comme la masse de la toile humide peut être connue, la masse du gâteau humide est calculée. Finalement, la teneur en eau du gâteau est obtenue à partir de 15 échantillons pris dans le gâteau et la teneur en eau moyenne du gâteau est ainsi déterminée.

Grâce à ces valeurs la masse de talc dans le gâteau, le volume du talc, le volume des pores et finalement la porosité sont calculés. Ce système donne des valeurs de porosité beaucoup plus fiables que les méthodes précédentes, avec une erreur de ± 1 % (tous les valeurs de la porosité sont dans l'Annexe D).

5.4.2 Détermination de R_m et k

À partir des paramètres opératoires d'un essai (Tableau 5.12) et de la porosité du gâteau, en exploitant les données de masse de filtrat collecté, on détermine, à l'aide des méthodes présentées dans le chapitre 3, les valeurs de la perméabilité et de la résistance hydraulique du média filtrant.

Essai	ω filtration (tr/min)	ω essorage (tr/min)	Débit masse (kg/h)	f_{vs} (-)	e (mm)	ϵ (%)
E1	1500	1500	106	0,084	10,9	54
E4	3000	3000	202	0,084	9,8	51
E5	3000	3000	203	0,084	10	52
E6	3000	3000	201	0,084	9,5	52
E17	4000	4000	200	0,084	9,2	48,5
E18	4000	4000	199	0,084	9,4	49,5

Tableau 5.12 – Paramètres des essais et porosité des gâteaux utilisés pour déterminer k et R_m

Le bilan de masse dans le panier peut être mesuré de deux façons différentes, grâce au bilan de masse mesuré avec le système du double pesée ou à partir de la mesure de la position de l'anneau liquide faite par calcul par le capteur de position ultrasons. Les deux mesures vont être comparées et ajustées pour trouver la valeur la plus précise possible.

Les valeurs exactes de la perméabilité et de la résistance du média filtrant vont être déterminées en ajustant les valeurs des paramètres du modèle (qui sont la k et R_m) par rapport aux données expérimentales (Tableau 5.13).

Essai	R_m (m^{-1})	k (m^2)
E1	5,0E+11	2,3E-15
E4	2,0E+11	1,2E-15
E5	3,0E+11	1,3E-15
E6	2,0E+11	1,2E-15
E17	6,0E+11	1,0E-15
E18	1,0E+12	1,2E-15

Tableau 5.13 – Estimations de k et r_m des différents gâteaux formés

Le modèle de filtration centrifuge permet alors de simuler la filtration dans la centrifugeuse à partir des valeurs d'entrée que sont k et R_m . Le modèle permet, en particulier, de calculer l'évolution de l'épaisseur cumulée de l'anneau liquide et du gâteau pendant la filtration. Il est alors possible de comparer les résultats de simulation aux valeurs de la même grandeur calculées à partir des données expérimentales de masse de filtrat. La comparaison est présentée sur les Figures 5.23, 5.24 et 5.25.

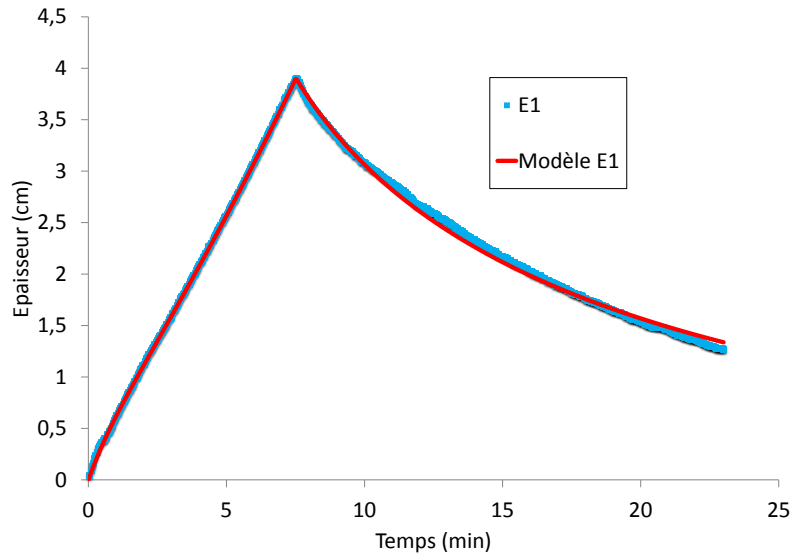


FIGURE 5.23 – Épaisseur cumulée du gâteau et de l'anneau liquide au cours du temps : comparaison entre simulation et valeurs expérimentales pour l'essai E1

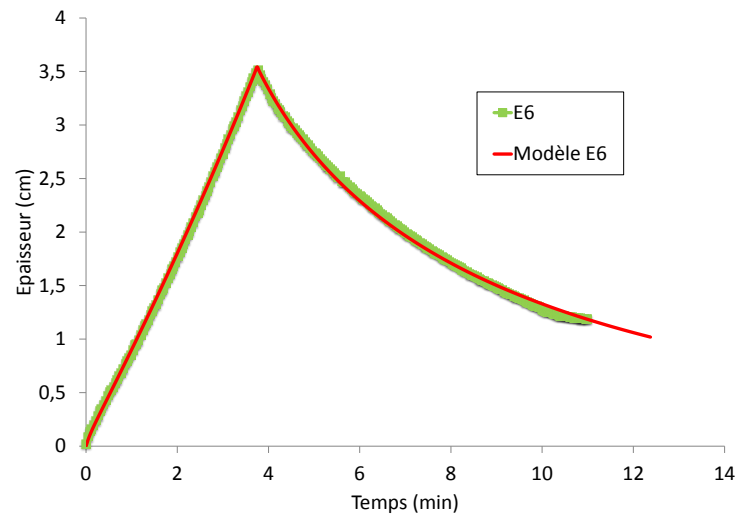


FIGURE 5.24 – Épaisseur cumulée du gâteau et de l’anneau liquide au cours du temps : comparaison entre simulation et valeurs expérimentales pour l’essai E6

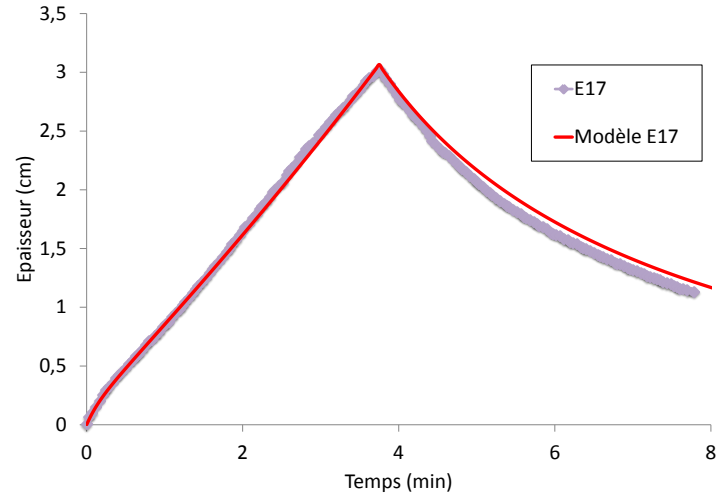


FIGURE 5.25 – Épaisseur cumulée du gâteau et de l’anneau liquide au cours du temps : comparaison entre simulation et valeurs expérimentales pour l’essai E17

Le bon accord entre les résultats de simulation et les valeurs expérimentales obtenue pour des essais réalisés à 3 vitesses de rotation différentes permet de conclure que l'estimation de la perméabilité et de la résistance du média filtrant obtenus grâce aux méthodes présentées dans le chapitre 3 sont correctes.

5.4.2.1 Comparaison entre la perméabilité déterminée en cellule de filtration et celle estimée en filtration centrifuge

Pour avoir une deuxième validation de la méthode de détermination des paramètres du modèle avec la seule utilisation de la centrifugeuse, la perméabilité obtenue sera comparée à la perméabilité obtenue en cellule de filtration.

La comparaison entre les deux valeurs obtenues n'est pas directe puisque la distribution de la pression solide dans un gâteau en cellule de filtration et dans un gâteau de centrifugation n'est pas la même. Cependant, à partir des données de compression déterminées en exploitant les essais réalisés avec la cellule de filtration et à partir de l'expression de la distribution de pression solide dans le gâteau formé par centrifugation, il est possible de recalculer la perméabilité moyenne du gâteau formé par centrifugation. La distribution de pression solide dans le gâteau peut être calculée à partir de la relation (5.2) [TYTC87] et [SNOT87].

$$\frac{\partial p_s}{\partial r} = [\Delta \rho \epsilon_{s0} (1 + \frac{p_s}{p_a})^\beta r \omega^2 + \frac{\mu q(t)}{2H\pi r k_0} (1 + \frac{p_s}{p_a})^{-\delta}] \quad (5.2)$$

Une fois la distribution de pression solide dans le gâteau calculée, la perméabilité moyenne du gâteau sera obtenue par intégration sur l'épaisseur du gâteau.

Si on utilise les paramètres de compression obtenus pour le talc (dans la section 5.3.3) et les données de débit de filtrat de chaque essai, les perméabilités qu'on obtient pour les gâteaux formés par centrifugation sont (Tableau 5.14).

On constate qu'il existe un ordre de grandeur de différence entre les valeurs données par les deux méthodes. Cet écart ne peut s'expliquer par des erreurs expérimentales. La cause de cette discordance n'a pas été recherchée de façon approfondie.

Cela montre la difficulté qui existe à utiliser les données de compression pour calculer les propriétés d'un gâteau formé par centrifugation et la pertinence des méthodes permettant une détermination directe (à partir d'un essai de filtration centrifuge) des propriétés du gâteau.

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

Essai	k (essai centrifugation) (m^2)	k (donné de compressibilité p_s) (m^2)
E1	2,3E-15	5,32E-14
E4	1,2E-15	2,25E-14
E5	1,3E-15	2,41E-14
E6	1,2E-15	2,40E-14
E17	1,0E-15	1,72E-14
E18	1,2E-15	1,72E-14

Tableau 5.14 – Comparaison des valeur de k obtenues par deux méthodes différentes

5.4.3 Détermination des MES

Avec l'objectif d'analyser la quantité de solide dans le filtrat dans un essai de filtration centrifuge, six prélèvements ont été effectués au cours de la phase de filtration et de perméation, afin de déterminer la quantité de MES sur chacun d'entre eux. La suspension avait une concentration de 0,24 kg/l.

Le tableau (Tableau 5.15) donne la masse de filtrat prélevée, la masse de talc sec récupéré, la concentration en MES dans le filtrat et le pourcentage des pertes en solides dans le filtrat pour les différents prélèvements et pour la somme des prélèvements.

Prélèvement	$m_{filtrat}$ (g)	m_{talc} (g)	MES (g/kg)	Pertes (%)
1	254,301	0,01333	0,052	0,027
2	254,765	0,01441	0,057	0,029
3	258,765	0,01805	0,070	0,036
4	258,186	0,01944	0,075	0,039
5	258,198	0,03527	0,137	0,071
6	555,220	0,02364	0,043	0,022
Total	1839,435	0,12414	0,067	0,035

Tableau 5.15 – MES sur le filtrat de l'essoreuse

Pour chacun des six prélèvements, la concentration de MES dans le filtrat peut être considérée comme négligeable. Elle est inférieure à celle obtenue lors des essais en cellule de filtration. La masse perdu a tendance à augmenter légèrement en fonction du temps, cela peut être dû l'effort croissant exercé sur les coutures de la toile au fur et à mesure que l'anneau liquide augmente

et qui amoindrit leur capacité de rétention.

Le pourcentage de pertes par rapport à la suspension initiale est lui aussi très négligeable, avec une valeur maximale à 0,07 % pour l'essai sur la centrifugeuse au lieu de 0,34 % pour l'essai en cellule de filtration.

La concentration maximale en MES dans le cas de l'essai avec la centrifugeuse est de 0,14 g/kg, alors qu'avec le banc de filtration les pertes sont comprises entre 0,3 g/kg et 0,5 g/kg selon la pression utilisée.

Les pertes en solides dans le filtrat sont donc globalement plus faibles pour les essais de filtration centrifuge que pour les essais en cellule de filtration.

5.5 Essorage centrifuge

Le procédé d'essorage a été étudié expérimentalement avec deux familles de produit différents : les gâteaux de filtration et les bobines textiles.

Concernant les gâteaux de filtration, dans un premier temps, la détermination des paramètres d'essorage (pression d'entrée, indice de distribution de taille de pore et saturation irréductible) sera recherchée au travers des données de cinétique d'essorage. En deuxième lieu, ayant obtenu l'estimation de l'ensemble des paramètres d'entrée, la distribution de l'eau dans le gâteau au cours de l'essorage sera approchée à partir du modèle d'essorage développé par Léger ([Leg08]).

Par contre, pour les bobines textiles, la caractérisation du matériau n'étant pas possible, les résultats ne seront pas analysés du point de vue de la modélisation.

D'autre part, une analyse de l'influence de la température sur l'essorage a été réalisée pour les gâteaux de filtration comme pour les bobines textiles.

5.5.1 Essorage des gâteaux de filtration

La détermination des paramètres d'essorage des gâteaux a été obtenue pour différentes conditions opératoires à partir de la méthodologie développée au chapitre 3. Une comparaison des cinétiques d'essorage expérimentales déterminées grâce au système de double pesée et des résultats du modèle d'essorage permettra d'évaluer la qualité des estimations des paramètres d'essorage et *in fine* de justifier l'évolution de la saturation locale dans le gâteau obtenue par simulation.

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

5.5.1.1 Détermination de p_b , λ et $S_{l\infty}$

Avec les valeurs des paramètres opératoires (Tableau 5.12), la porosité et la perméabilité du gâteau et la résistance hydraulique du média filtrant déterminées plus haut 5.4.2, les valeurs de p_b , λ et $S_{l\infty}$ peuvent être estimées.

Les valeurs des paramètres obtenues avec les mêmes essais que dans la partie 5.4.2 sont regroupées dans le Tableau 5.16. Pour les essais réalisés à 1500 *tr/min*, aucune valeur n'est indiquée parce que les gâteaux restent saturés dans ces conditions-là.

Essai	P_b (bar)	λ (-)	$S_{l\infty}$ (-)
E1	-	-	-
E4	1,2	6	0,04
E5	1,3	6	0,04
E6	1,3	6	0,04
E17	1,6	6	0,04
E18	1,6	6	0,04

Tableau 5.16 – Paramètres d'essorage estimés à partir des données d'essorage

Sur les Figures 5.26 et 5.27, les cinétiques d'essorage calculées par le modèle, en utilisant comme données d'entrée les valeurs expérimentales des paramètres d'essorage déterminées plus haut, sont comparées aux cinétiques d'essorage expérimentales. La répétabilité des essais peut être évaluée, sur ces graphiques, puisqu'ont été reportées les cinétiques expérimentales de deux essais différents. Sont aussi reportées les valeurs de teneur en eau moyenne des gâteaux en fin d'essai obtenues pour différents temps d'essorage.

On constate que l'accord entre les cinétiques expérimentales et les mesures de teneur en eau, pour les résultats à 3000 *tr/min*, n'est pas excellent. On retiendra néanmoins que chaque point de teneur en eau correspond à un essai et, compte-tenu des difficultés expérimentales, des problèmes de répétabilité, il est difficile de conclure sur la précision des cinétiques d'essorage obtenues expérimentalement. D'autre part, pour ces essais à 3000 *tr/min*, la désaturation du gâteau est faible et rend les erreurs relatives importantes par rapport aux variations relatives de teneur en eau.

Les résultats à 4000 *t/min* sont beaucoup plus satisfaisants. L'accord entre les teneurs en eau obtenues en continu au moyen du système de double pesée et les teneurs en eau mesurées en fin d'essai est bien meilleur.

D'un autre côté, l'accord entre les cinétiques d'essorage, expérimentale et simulée est tout à fait acceptable, ce qui montre que les estimations des

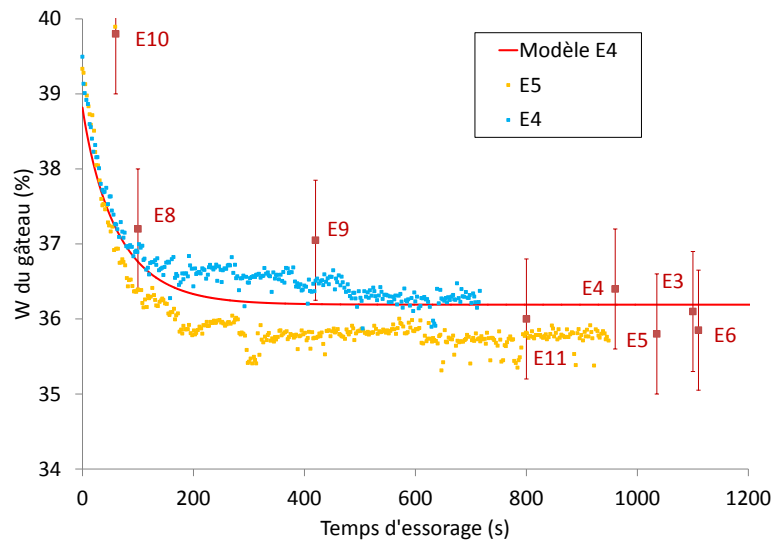


FIGURE 5.26 – Exemple de cinétique d’essorage : comparaison entre données expérimentales et simulation, essais à 3000 tr/min

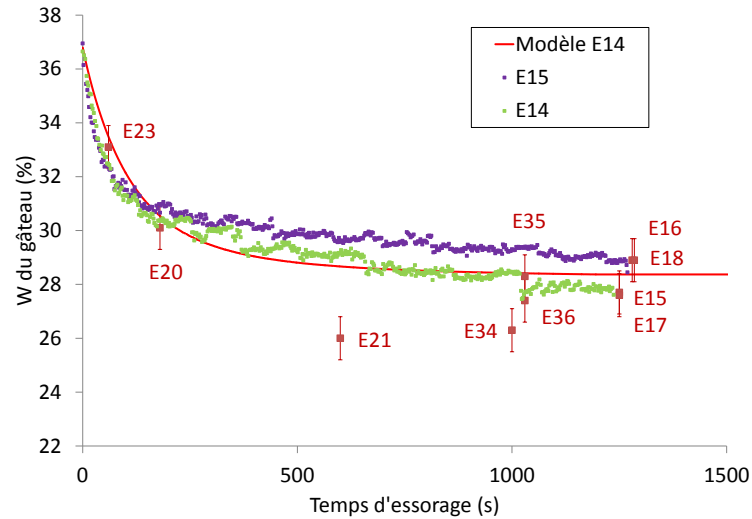


FIGURE 5.27 – Exemple de cinétique d’essorage : comparaison entre données expérimentales et simulation, essais à 4000 tr/min

caractéristiques d'essorage obtenues par les méthodes développées dans le chapitre 3 sont correctes.

5.5.2 Essorage des bobines textiles

Différents essais ont été réalisés pour étudier l'essorage d'une bobine textile d'un point de vue macroscopique. Le récapitulatif des données de tous les essais est dans l'annexe D.

Les caractéristiques principales de la bobine de Ruban Leacryl 3,3 sont (Figure 5.28) :

- diamètre extérieur : 240 *mm*,
- diamètre intérieur : 56 *mm*,
- hauteur : 175 *mm*,
- masse sèche : 1596 *g*.



FIGURE 5.28 – Photo d'une bobine de Ruban Leacryl 3,3

Un protocole de mouillage a été défini pour assurer une saturation complète en eau des bobines et ce, de façon répétable (le protocole précis est présenté dans l'annexe C).

Pour déterminer la déshydratation maximale des bobines par essorage et le temps d'essorage associé, des essais réalisés dans les mêmes conditions ont été répétés mais pour des temps d'essorage différents. La Figure 5.29 présente les résultats obtenus pour une vitesse de 1000 *tr/min*.

Sur le graphique 5.29, on peut constater qu'à partir de 20 *min* d'essorage la teneur en eau de la bobine décroît nettement moins vite. Des essais avec des durées d'essorage de 40 *min* et 60 *min* (voir annexe D) ont aussi été menés. On a pu observer, à ces temps là, une légère diminution de la teneur en eau moyenne, mais on a considéré que cette déshydratation était due au séchage causé par l'élévation de température dans la machine (frottements au niveau de l'axe) et non à la déshydratation mécanique.

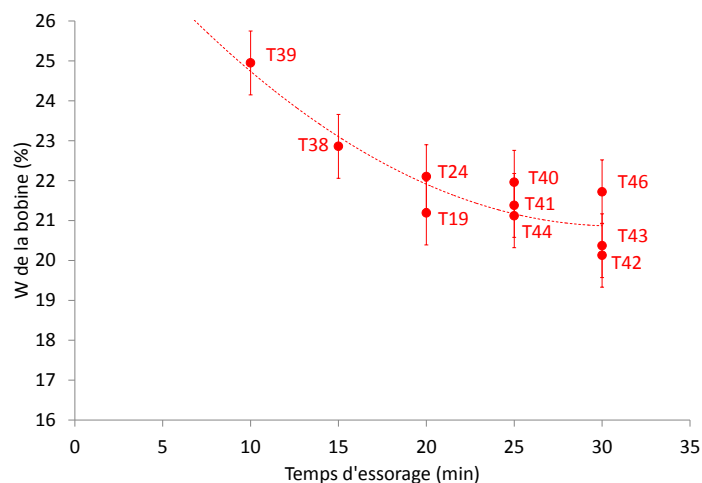


FIGURE 5.29 – Évolution de la teneur en eau des bobines textiles avec le temps d'essorage, essais à 1000 tr/min

Les mêmes analyses d'essorage à d'autres vitesses de rotation ont été réalisées et les valeurs de teneur en eau moyenne en limite d'essorage sont reportées sur le Tableau 5.17.

Vitesse (tr/min)	Effet g moyen	Temps pour atteindre la limite de l'essorage (min)	Quantité d'eau moyenne (g)	Teneur en eau moyenne (%)
1000	103	20	335	21,6
1500	232	20	211	13,6
2000	411	20	160	10,3
3000	927	20	128	8,2

Tableau 5.17 – Teneur en eau moyenne des bobines à la limite de l'essorage et temps d'essorage associé, pour différents vitesses de rotation

On dispose désormais de la teneur en eau d'équilibre d'une bobine de Ruban Leacryl 3,3, et du temps limite d'essorage pour les différentes vitesses d'utilisation.

5.5.3 Effet de la température sur l'essorage

L'expérience de Bergère de France a permis de constater que les produits textiles qui sont essorés juste après la teinture (*i.e.* qui sont encore à une température élevée), ont, à la fin de l'essorage, une teneur en eau plus basse que les produits essorés à température ambiante.

Or, comme on l'a déjà indiqué, l'influence de la température sur les propriétés physiques du liquide (viscosité et tension de surface) ne peut pas expliquer l'écart de teneur en eau obtenu.

D'autre part, Couturier et al. [CVVP07] ont montré que l'élévation de température en filtration, pour des produits minéraux comme le talc, tendait à augmenter la résistance spécifique du gâteau.

Des essais avec des bobines textiles de *Ruban Leacryl 3,3* saturées à différentes températures ont été réalisés. Les bobines ont été resaturées dans un bain à température fixée, en attendant que la température de la bobine se stabilise à la température du bain. La bobine est ensuite placée dans la centrifugeuse et essorée. Il faut noter que pendant l'essorage, la bobine se refroidit, le pilote n'étant pas prévu pour des essais en condition isotherme. Les valeurs de teneur en eau finale de la bobine en fonction de la température initiale de la bobine sont montrées sur la Figure 5.30. On a aussi indiqué la teneur en eau obtenue en conditions industrielles par Bergère de France.

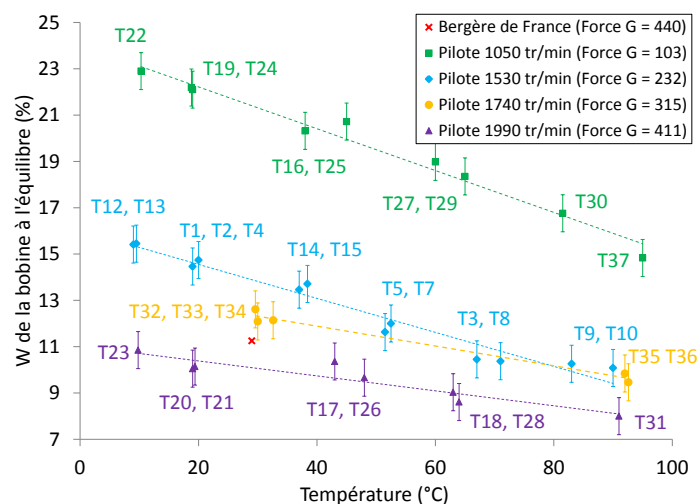


FIGURE 5.30 – Essorage de bobine textile à différentes vitesses et différentes températures

5.6. PERMITTIVITÉ DIÉLECTRIQUE DES GÂTEAUX

Les différentes courbes obtenues montrent bien la réduction significative de la teneur en eau d'équilibre liée à l'augmentation de la température. Pour quantifier l'effet, l'écart de teneur en eau d'équilibre pour des essais effectués à température ambiante et à 90° ont été reportés dans le Tableau 5.18.

Vitesse (<i>tr/min</i>)	Effet <i>g</i> moyen	Réduction de la W_{bs} (%)	Réduction W_{bs} en pourcentage (%)
1000	103	8,1	35
1500	232	5,3	34
1750	315	3,2	25
2000	411	2,9	27

Tableau 5.18 – Effet de la température sur la réduction de la teneur en eau d'équilibre d'essorage

La réduction la plus importante est obtenue pour la plus faible vitesse de rotation.

Il est difficile de donner une interprétation aux résultats. Deux hypothèses peuvent néanmoins être posées :

1. la réduction de tension superficielle du liquide suffit à expliquer les écarts de teneur en eau mesurés,
2. l'abaissement de la pression liquide dans la bobine sous les actions antagonistes des effets capillaires et de la force centrifuge, combinée à une élévation de température, conduit à la vaporisation d'une partie du liquide et perturbe l'équilibre capillaro-centrifuge.

Une étude menée sur l'essorage en température de gâteaux de filtration a été initiée pour tester la première hypothèse à partir du modèle d'essorage [Leg08], mais des difficultés expérimentales n'ont pas permis d'aboutir à des résultats concluants.

5.6 Permittivité diélectrique des gâteaux de filtration en fonction de la teneur en eau

Pour pouvoir modéliser la dissipation d'énergie par micro-ondes dans le produit, la connaissance de la permittivité complexe est fondamentale, parce

que la puissance générée dans le produit est fonction de la partie imaginaire de la permittivité complexe.

Il s'agit ici de déterminer la permittivité complexe équivalente d'un matériau inhomogène, constitué d'une matrice solide poreuse et d'eau saturant partiellement les pores. Il est à noter que l'état de l'eau dans le milieu (eau libre ou eau liée) affecte ses propriétés diélectriques.

On trouve dans la littérature différents modèles qui proposent des expressions permettant, à partir des propriétés diélectriques de chacun des constituants du produit, de calculer les propriétés diélectriques équivalentes. Un de ces modèles, développé pour caractériser d'un point de vue diélectrique des sols humides, a été retenu [WS80] (Section 2.4.6.3). Il est basé sur l'idée que l'eau présente dans le milieu, en-dessous d'une certaine teneur en eau, est liée à la matrice poreuse.

Pour utiliser le modèle de Wang et Schmugge ([WS80]) il faut trouver la permittivité complexe de la poudre constituant le gâteau, de l'eau et de la glace en fonction de la température. L'évolution de la permittivité complexe de l'eau avec la température a été présentée dans la partie 2.4.6.2.

5.6.1 Validation du modèle de Wang et Schmugge

Pour valider le modèle de Wang et Schmugge, des mesures de la permittivité complexe sur des gâteaux de filtration ont été effectuées :

- à trois teneurs en eau différentes,
- à deux températures différentes.

Des gâteaux de filtration frontale ont été spécialement constitués pour pouvoir faire des mesures de la permittivité complexe. Un travail important a été effectué sur la banc de filtration pour pouvoir obtenir des gâteaux de filtration de porosités équivalentes à celles des gâteaux obtenus par centrifugation (Annexe C.1.2 et Annexe C.1.3).

Des gâteaux ont été constitués avec trois teneurs en eau différentes : saturés, partialement saturés et secs. Les gâteaux saturés ont été formés en cellule de filtration avec le piston de compression. Les gâteaux secs ont été séchés à l'étuve, et les gâteaux partiellement saturés ont été constitués en colonne de filtration puis soufflés à l'air, pour obtenir des teneurs en eau homogènes dans tout le gâteau.

Les mesures de permittivité complexe ont été faites au CETIAT grâce à un analyseur de réseau (*Agilent Technologie*) connecté à un capteur coaxial à extrémité ouverte. Ce dispositif a été présenté dans la partie 2.4.6.1. Les mesures ont été faites directement pour la température de 30 °C, mais par contre pour la température de 80 °C les échantillons ont été mis dans des

5.6. PERMITTIVITÉ DIÉLECTRIQUE DES GÂTEAUX

ambiances contrôlées grâce à des solutions salines et chauffées dans les étuves jusqu'à 80 °C. Une fois les échantillons en température, ils ont été sortis de l'étuve, pesés (pour vérifier que la teneur en eau n'avait pas changée) et la mesure de permittivité complexe effectuée le plus rapidement possible. La température à la fin a également été contrôlée pour vérifier qu'elle était proche de 80 °C.

Les mesures faites avec le système d'analyse de réseau et le capteur coaxial ont une faible précision, environ 10 % dans le cas du dispositif utilisé. De plus, la mesure est très délicate à faire, le contact entre la sonde coaxiale et le produit doit être parfait, sans avoir de lame d'air entre les deux. Des variations importantes ont été observées sur des mesures faites sur le même échantillon. Pour prendre en compte ces écarts, une marge d'erreur importante de 20 % a été estimée sur les valeurs mesurées.

Une estimation d'erreur a été faite aussi sur la quantité d'eau présente dans le gâteau, le capteur coaxial va mesurer la permittivité complexe dans la surface du gâteau et dans une profondeur qui va dépendre de la dissipation de l'onde. Comme les mesures n'ont pas eu lieu dans des ambiances contrôlées en saturation, une estimation d'erreur qui tient en compte de l'évaporation possible d'eau à la surface du gâteau a été faite. Nous avons analysé les résultats de différentes mesures obtenues sur un même échantillon à différents temps et une erreur de 10 % a été estimée.

La valeur du point de flétrissement permanent (Section 2.4.6.3) des gâteaux a été obtenue à partir des essais sur le tunnel convectif avec le talc. Les paramètres utilisés dans le modèle pour les gâteaux de talc sont reportés dans le Tableau 5.19.

Produits	ϵ' (-)	ϵ'' (-)	Porosité (%)	Point de flétrissement permanent (-)
Talc	2,1	0,001	49	0,03

Tableau 5.19 – Paramètres du modèle de Wang et Schmugge pour les gâteaux de talc

Sur la Figure 5.31, on montre le résultat du modèle de Wang et Schmugge et les résultats expérimentaux obtenus avec des gâteaux de talc à 30 et 80°C. Chaque point du graphe résulte d'une moyenne calculée sur des mesures effectuées sur différents gâteaux de filtration, constitués dans des conditions identiques (entre 3 et 8).

5. MATÉRIELS, PRODUITS ET MÉTHODES

La Figure 5.31 montre les courbes de la partie réelle et imaginaire de la permittivité complexe des gâteaux de talc en fonction de la teneur en eau en volume (volume d'eau divisé par le volume total) W_c .

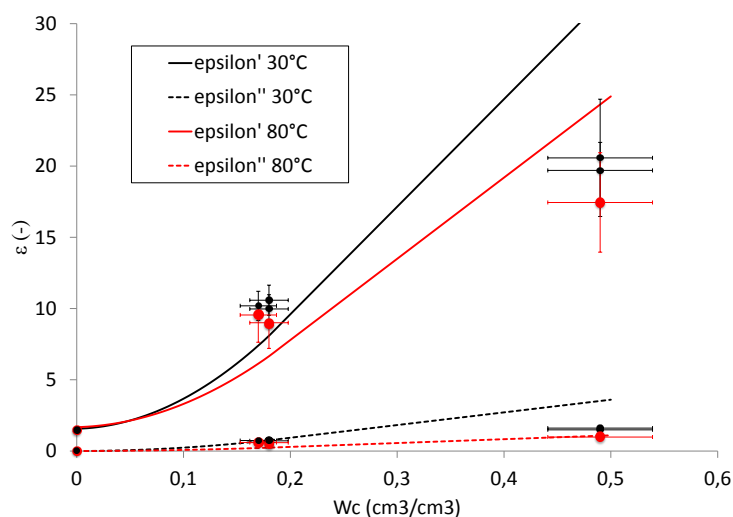


FIGURE 5.31 – Parties réelles et imaginaire de la permittivité complexe d'un gâteau de talc en fonction de la teneur en eau : modèle de Schmugge et valeurs expérimentales

Nous pouvons constater que le modèle de Wang et Schmugge permet d'approcher qualitativement la permittivité complexe d'un gâteau de talc partiellement saturé (discutable à W_c élevée). Les écarts entre les points de mesure et le modèle sont grandement imputables aux difficultés de mesure, particulièrement à forte température. Des conclusions plus avancées auraient nécessité plus de mesure qui n'ont pas pu être réalisées pour des raisons de temps et de coût.

Par ailleurs, la caractérisation de deux autres produits (spath et PVC) a aussi été effectuée. Les résultats sont donnés en Annexe H. Pour ces deux matériaux, le modèle de Wang et Schmugge est en meilleur accord avec les valeurs expérimentales. Quoiqu'il en soit, la caractérisation des propriétés diélectriques des gâteaux de talc est une étape incontournable en vue de la modélisation du procédé d'essorage thermiquement assisté par chauffage diélectrique.

Chapitre 6

Étude du procédé d'essorage assisté par MO

Dans ce chapitre, sont présentés les résultats expérimentaux obtenus sur deux familles de produits (suspensions et bobines textiles) lors de l'essorage assisté de façon couplé ou non au séchage micro-ondes.

L'objectif de cette étude est de mettre en évidence une synergie entre les phénomènes de séchage induits par un chauffage diélectrique et les effets centrifuges liés à la rotation du panier.

Comme le projet dans son ensemble s'articule autour d'une problématique d'efficacité énergétique, une attention particulière sera portée aux énergies spécifiques consommées par le procédé. D'autre part, les phénomènes étudiés étant complexes et multiphysiques variées (écoulement turbulent, écoulement diphasique en milieu poreux, propagation d'onde électromagnétique) on cherchera à apporter, par le biais de simulations numériques, des informations qui ne sont pas accessibles expérimentalement et qui donneront, aux résultats expérimentaux des interprétations plus fines.

Les éléments de simulation porteront :

- sur l'écoulement d'air dans la machine afin d'estimer le coefficient d'échange convectif entre les éléments tournants (panier et gâteau) et l'air circulant dans l'enceinte,
- sur la détermination du champ électrique dans l'enceinte de façon à mieux comprendre sa distribution en particulier dans le gâteau.

6.1 Étude de l'échange convectif à la surface du gâteau et à la paroi externe du panier

L'importance de l'extraction de vapeur pour le séchage a été soulignée précédemment. Le transfert d'eau à la surface du gâteau dépend des propriétés de l'air et de l'écoulement au voisinage de la surface. En première approximation, on peut relier, en utilisant l'analogie de Lewis [Sac00], le coefficient de transfert de masse h_m au coefficient d'échange convectif h par :

$$h_m = \frac{h}{\rho c_p} \quad (6.1)$$

où ρ est la masse volumique de l'air et c_p sa capacité calorifique.

Or, une approche numérique permet, en principe, d'estimer le coefficient d'échange convectif. Cette approche sera menée sur un modèle géométriquement similaire au pilote en étudiant l'influence de deux paramètres :

- le débit d'air imposé,
- la vitesse de rotation du panier.

Le modèle développé correspond à celui présenté dans la partie 4.5.1 avec, au niveau de tube d'entrée, un débit d'air imposé.

Pour estimer le coefficient d'échange convectif, il faut déterminer l'échange de chaleur entre la surface du gâteau et la paroi externe du panier. Pour cela, en plus de la résolution des équations de Navier-Stokes, le modèle résout l'équation de la chaleur sur tout le domaine d'air inclus dans la géométrie. On impose, en effet, la température de surface du gâteau et celle de la paroi externe du panier et on détermine les flux de chaleur entre ces parois et l'écoulement. En plus des conditions aux limites appliquées à l'écoulement, (modèle d'écoulement d'air partie 4.5.1), les conditions suivantes, nécessaires à la résolution du problème de transfert de chaleur, s'ajoutent :

- l'entrée d'air est maintenue à la température ambiante, $293,15\text{ K}$,
- les parois externes sont considérées comme adiabatiques,
- les parois du panier et la face du gâteau sont maintenues à une température de 320 K (valeur expérimental de la température de la surface du gâteau à 500 s d'application des micro-ondes à 1200 W),
- la température et la pression initiales sont prises égales à : $T = 293,15\text{ K}$ et $P = 1\text{ atm}$
- la vitesse initiale de l'écoulement est nulle,
- le maillage utilisé dans ce calcul est un maillage de type « couches limites » sur l'ensemble des parois du panier et tétraédrique ailleurs.

Pour calculer le coefficient d'échange convectif h au niveau de la surface du gâteau, on sait qu'à l'interface, le flux de chaleur normal par conduction

est égal au flux de convection thermique donné par la loi de Newton (Figure 6.1) :

$$-\lambda \vec{\nabla} T \cdot \vec{n} = h(T_s - T_\infty) \quad (6.2)$$

le calcul de coefficient d'échange convectif a été évalué suivant une ligne

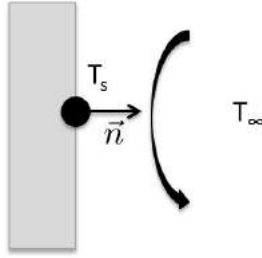


FIGURE 6.1 – Schéma des flux thermique à la surface du gâteau

verticale, à la surface du gâteau d'une part et à la paroi externe du panier, d'autre part. Les résultats de simulation ont permis de déterminer le flux normal conductif au niveau des surfaces considérées, et on a défini T_∞ comme la température de l'air à l'entrée.

Les calculs ont été menés pour une combinaison de vitesses et de débits :

- $\omega = 20, 200, 300$ et 400 rd/s ,
- $Q = 40, 50$ et $60 \text{ m}^3/\text{h}$.

Les coefficients d'échange convectif calculés pour la combinaison des quatre vitesses et les trois débits cités ci-dessus sont reportés sur le graphe de la Figure 6.2, où la position verticale sur la surface du gâteau est donnée par rapport au fond du panier.

L'ordre de grandeur des valeurs obtenues est dans la fourchette des coefficients d'échange convectif reportés dans la littérature pour des échanges faisant intervenir un gaz :

- h de l'air en convection naturelle : $5 - 25 \text{ W/m}^2\text{K}$,
- h de l'air/vapeur surchauffée en convection forcée : $20 - 300 \text{ W/m}^2\text{K}$.

À partir des résultats du graphique 6.2, on constate que le coefficient d'échange convectif au niveau du gâteau est fortement dépendant de la vitesse de rotation du panier, quel que soit le débit d'air imposé. Ce résultat est intéressant, car il montre qu'à débit d'air égal, l'échange convectif à la surface du gâteau est intensifié par la rotation du panier. Le mécanisme qui explique ce phénomène est l'effet d'aspiration induit par la rotation du panier et mentionné dans la partie 4.5.1. La réduction du coefficient d'échange

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

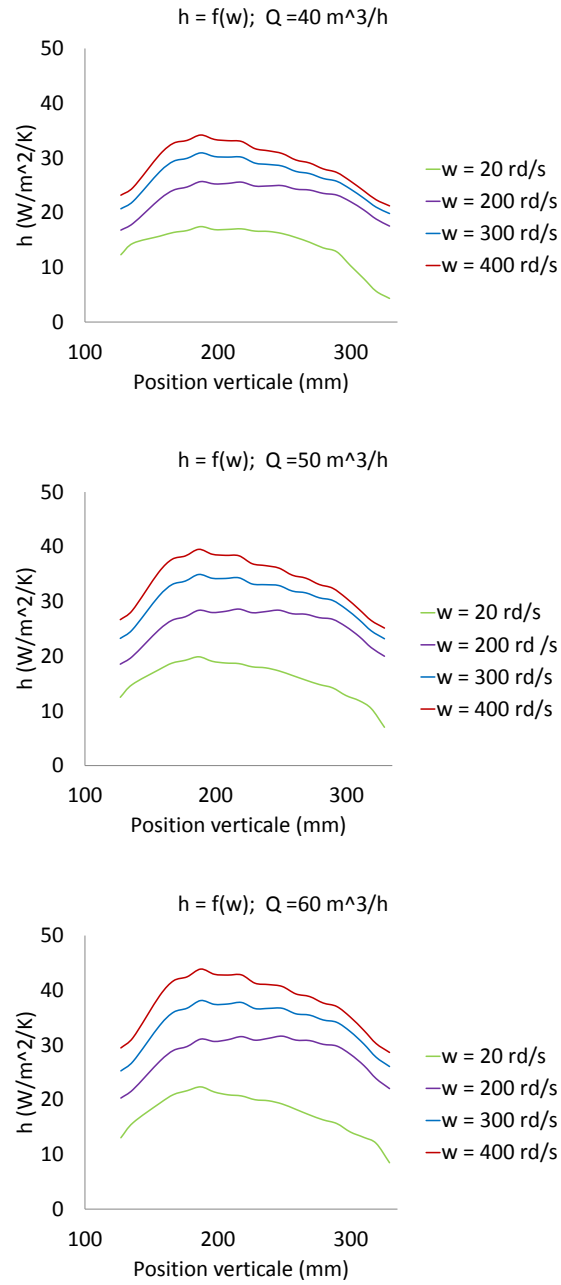


FIGURE 6.2 – Profils du coefficient d'échange convectif h à la surface du gâteau en fonction de la vitesse de rotation pour différents débits d'air

convectif entre une vitesse de rotation de 400 rd/s et une vitesse de 20 rd/s peut atteindre un facteur 2 à 3, selon le débit d'air imposé. Il existe donc une interaction entre l'effet de rotation du panier et le séchage au travers des échanges de chaleur et de masse.

Par ailleurs, on note que, comme on pouvait s'y attendre, le coefficient d'échange convectif augmente avec le débit d'air.

Enfin, on constate que les profils de coefficient d'échange convectif selon la hauteur du gâteau sont très similaires quels que soient les débits ou les vitesses. L'échange est minimal au niveau du fond du panier, passe par un maximum au niveau du $1/3$ inférieur du panier et diminue dans la partie supérieure.

Ce profil peut s'expliquer par les caractéristiques de l'écoulement au niveau de la surface du gâteau. La Figure 6.3 montre quelques lignes de courant dans la machine et le trait épais indique le contour des lignes de courant qui tendent à se rapprocher du panier dans la zone où le coefficient d'échange convectif est maximal.

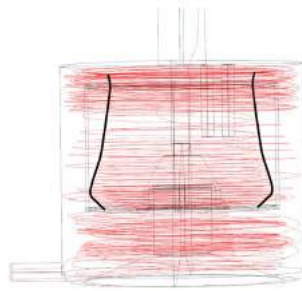


FIGURE 6.3 – Visualisation de l'écoulement à l'intérieur du panier à partir de quelques lignes de courant

On peut utiliser ces mêmes résultats en mettant en évidence, pour une vitesse de rotation donnée, l'influence du débit d'air. La Figure 6.4 montre l'évolution du profil du coefficient d'échange selon la hauteur en fonction du débit d'air. On peut voir que plus la vitesse de rotation est faible, plus l'influence du débit est faible. En d'autres termes, l'air injecté entrant dans la machine perpendiculairement au fond du panier, il est, à faible vitesse, dévié principalement vers l'extérieur du panier, l'écoulement à la surface du panier étant de ce fait réduit. L'effet d'aspiration dû à la rotation du panier favorise, en revanche, l'écoulement dans le panier.

Le Figure 6.5 montre l'évolution du coefficient d'échange h au niveau de la surface externe du panier en fonction de la vitesse de rotation.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

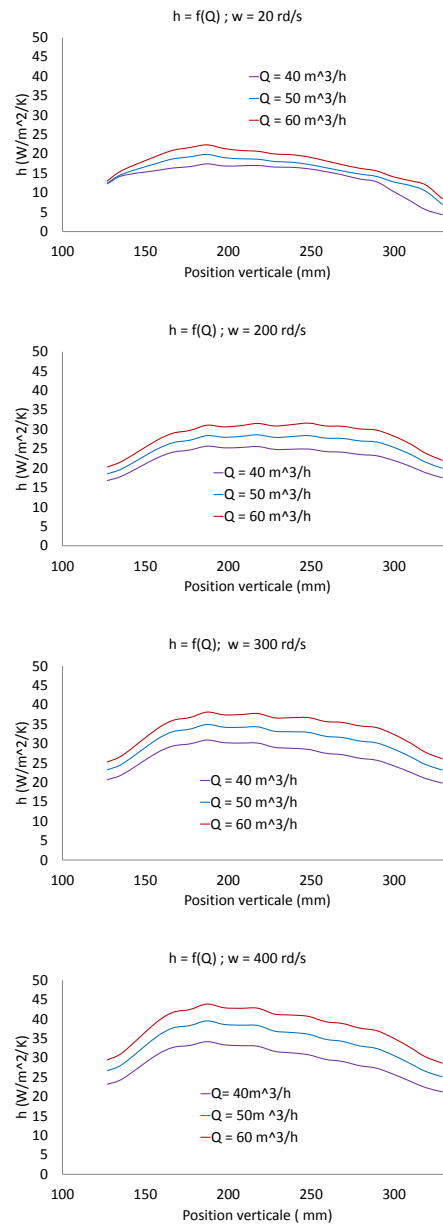


FIGURE 6.4 – Profils du coefficient d'échange convectif h à la surface du gâteau en fonction du débit d'air imposé pour différentes vitesses de rotation

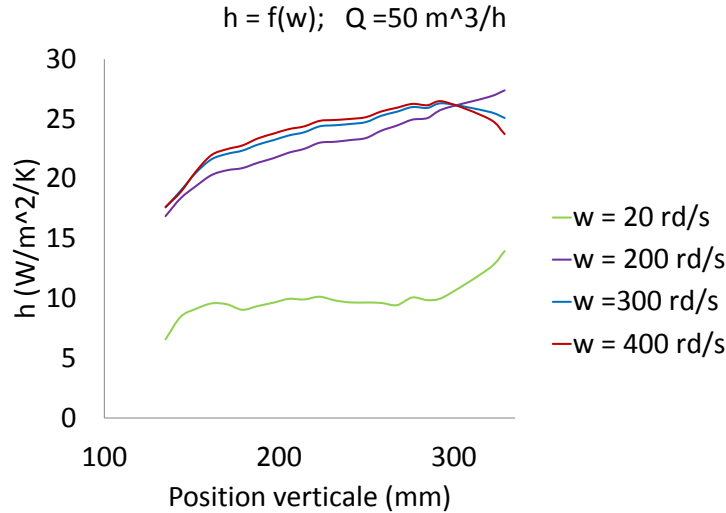


FIGURE 6.5 – Coefficient convectif h au niveau de la surface externe du panier en fonction de la vitesse de rotation

Pour un débit de $50 m^3/h$, le coefficient d'échange varie assez peu pour des vitesses de rotation élevées (entre 200 et 400 rd/s), par contre, on note une diminution importante à 20 rd/s . Cette forte diminution peut être imputable à un changement de régime de l'écoulement si la vitesse caractéristique de l'écoulement fait intervenir la vitesse de rotation du panier. L'analyse de l'écoulement, pour ce cas là, n'a pas été affinée. En particulier, on n'a pas analysé l'intensité de turbulence de l'écoulement pour confirmer l'hypothèse de changement de régime.

D'autre part, on ne note pas de maximum sur les profils. Le coefficient d'échange augmente quasi linéairement du bas du panier vers le haut.

L'évolution du coefficient d'échange convectif h en fonction du débit est représentée sur la Figure 6.6. On constate que le coefficient d'échange augmente en même temps que le débit d'air imposé de façon significative, comme ce qui a été observé à la surface du gâteau.

Nous pouvons retenir que les échanges de chaleur à la surface du gâteau et au niveau de la surface externe du panier ne sont pas identiques. Le coefficient convectif à la surface du gâteau est :

- fortement dépendant de la vitesse de rotation et du débit d'air injecté,
- présente un maximum au niveau du 1/3 inférieur du panier,

Pour l'échange convectif au niveau de la surface externe du panier :

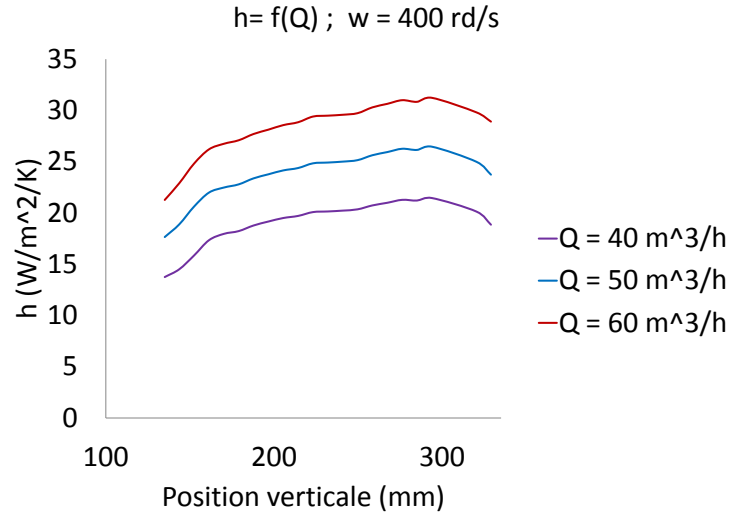


FIGURE 6.6 – Profils du coefficient d’échange convectif h au niveau de la surface externe du panier pour différents débits de balayage

- la vitesse de rotation n’a qu’une faible influence, pour des vitesses de rotation élevées, alors qu’on constate une diminution très marquée pour de faibles vitesses,
- l’influence est plus forte par rapport au débit de balayage,
- le coefficient d’échange augmente du bas vers le haut du panier.

Nous pouvons aussi remarquer que la valeur du coefficient convectif est toujours plus grande à la surface du gâteau qu’au niveau de la surface externe du panier.

L’étude numérique portant sur la détermination du coefficient d’échange convectif doit être affinée. En effet, les temps de calcul importants pour ce type de simulation (4 à 5 jours pour une condition) n’ont pas permis de terminer l’étude. En particulier, la sensibilité des résultats au maillage doit être abordée avec plus de soin.

6.2 Détermination du champ électrique dans le gâteau

Utilisant les modèles développés sur COMSOL et sur HFSS pour valider les calculs de champ électrique dans l’enceinte (section 4.4.1), l’étude de la

6.2. DÉTERMINATION DU CHAMP ÉLECTRIQUE

répartition du champ électrique à l'intérieur du gâteau est présentée dans la suite. Les calculs ont été menés dans les mêmes conditions que celles utilisées pour les cas de validation des modèles :

- puissance incidente $1W$,
- milieu diélectriquement équivalent à un gâteau de talc saturé en eau à $20^{\circ}C$ ($\epsilon' = 20$ et $\epsilon'' = 1,5$).

La connaissance de l'amplitude du champ électrique dans le produit à chauffer est très importante, puisque la puissance calorifique apportée au produit par les micro-ondes va varier avec le carré de l'amplitude du champ électrique. La relation entre puissance dissipée et module du champ électrique est :

$$P = 2\pi\epsilon_0\epsilon''fE^2 \quad (6.3)$$

où P est la puissance dissipée dans le produit, ϵ_0 la permittivité du vide, ϵ'' la partie imaginaire de la permittivité relative du matériau, f la fréquence des micro-ondes et E le module du champ électrique dans le produit.

Si on analyse le champ électrique dans le gâteau, on constate que la répartition du champ électrique dans le produit est très hétérogène (Figure 6.7). Nous pouvons constater aussi que l'amplitude du champ électrique au voisinage des parois métalliques du panier est très faible.

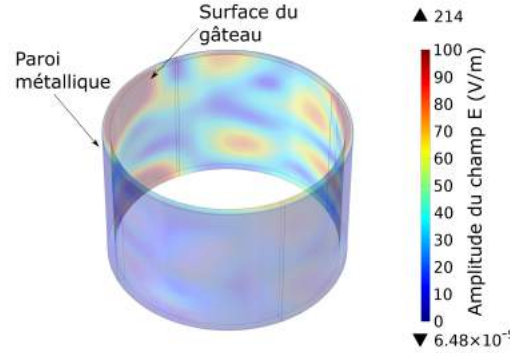


FIGURE 6.7 – Répartition du champ électrique dans le gâteau obtenue avec le logiciel de calcul COMSOL

L'analyse plus détaillée du champ électrique dans le gâteau va se faire selon deux plans verticaux, perpendiculaires passant par l'axe de la machine (voir Figure 6.8).

Sur les Figures 6.9 et 6.10, est représentée l'amplitude du champ électrique telle qu'obtenue sous COMSOL et HFSS.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

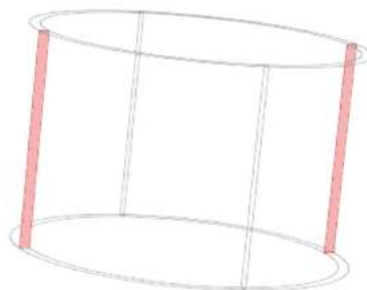


FIGURE 6.8 – Plans de coupe utilisés pour représenter le champ électrique dans le gâteau

On peut constater que les amplitudes du champ électrique calculées avec les deux logiciels donnent des répartitions différentes mais avec des ordres de grandeur équivalents.

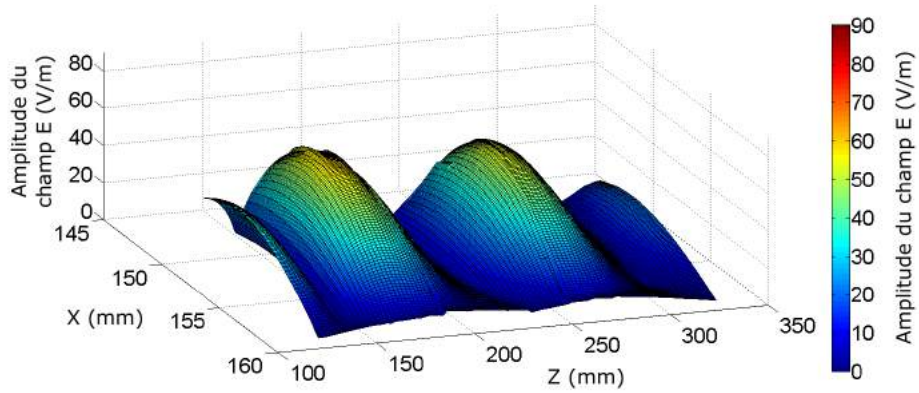
On retiendra de cette étude que le champ électrique dans le gâteau peut être modélisé. Cependant, l'étude numérique réalisée doit être complétée pour évaluer la sensibilité des résultats au maillage.

Dans l'objectif de modéliser l'échauffement du gâteau induit par la dissipation d'énergie micro-ondes, on peut noter qu'en l'état le modèle n'apportera pas d'information intéressante du fait de la forte hétérogénéité du champ qui va conduire à une forte hétérogénéité de la puissance dissipée dans le produit. Pour éviter ce problème, il est nécessaire de prendre en compte la rotation du panier, qui permet au produit de traverser l'ensemble du champ électrique créé dans le gâteau.

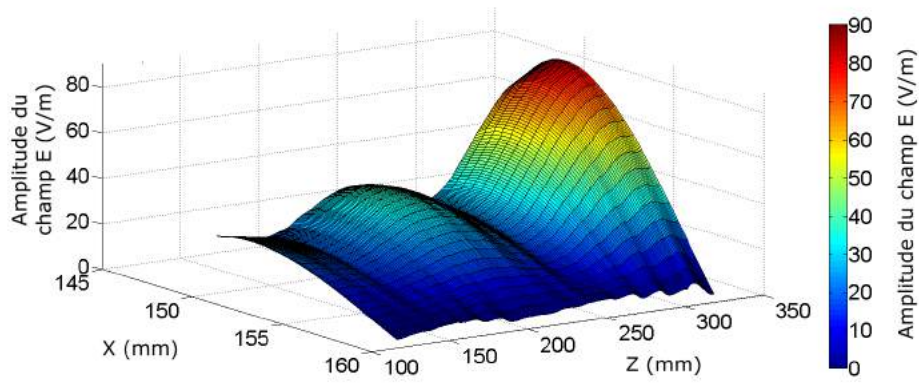
Sous COMSOL, la résolution des équations de Maxwell dans l'enceinte peut être couplée à la résolution du problème thermique via la prise en compte, dans l'équation de l'énergie, du terme de dissipation produit par le champ électrique. D'autre part, un terme convectif peut être ajouté à l'équation de l'énergie permettant, du point de vue des transferts thermiques d'imposer une rotation en bloc du gâteau.

Un exemple de simulation d'échauffement du gâteau dans un panier en rotation est donné sur la Figure 6.11. On observe bien que le champ de température est invariant par rotation autour de l'axe de la machine, ce qui montre que l'effet de rotation est bien pris en compte. On note, par ailleurs que le champ de température dépend de la position verticale comme on pouvait le prévoir du fait de la distribution du champ dans la machine.

6.2. DÉTERMINATION DU CHAMP ÉLECTRIQUE

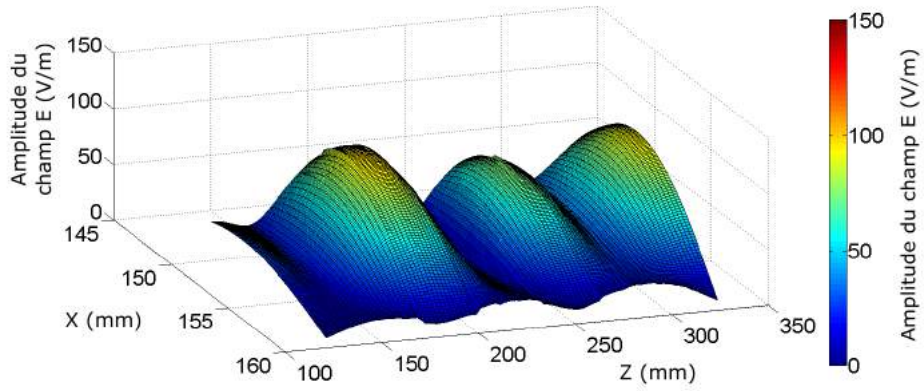


(a) COMSOL

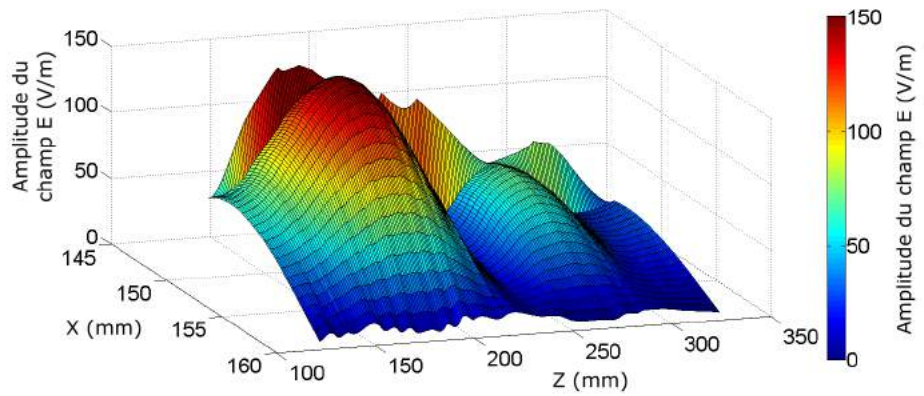


(b) HFSS

FIGURE 6.9 – Champ électrique dans le plan XZ du gâteau, X négatif



(a) COMSOL



(b) HFSS

FIGURE 6.10 – Champ électrique dans le plan XZ du gâteau, X positif

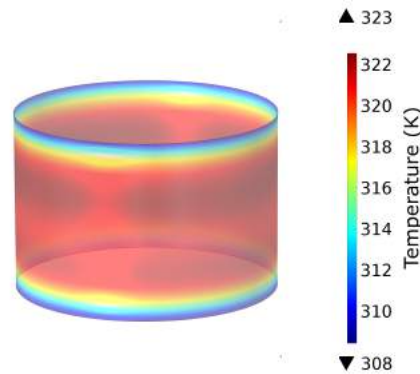


FIGURE 6.11 – Exemple d'échauffement diélectrique dans un gâteau en rotation

6.3 Séchage micro-ondes

La déshydratation mécanique assistée thermiquement a aussi été analysée sur les gâteaux de filtration et les bobines textiles. L'objectif principal de cette analyse a été la démonstration de l'intérêt du couplage d'un procédé de déshydratation mécanique par centrifugation avec un apport thermique par micro-ondes.

Dans ce but, deux types d'essais avec des gâteaux de filtration ont été réalisés qui seront qualifiés par la suite d'essai série ou couplé. Pour un essai série, la formation du gâteau, l'étape de perméation et l'essorage sont relatifs à une vitesse de rotation donnée. Le temps d'essorage imposé correspond au temps nécessaire pour atteindre la limite de l'essorage auquel on rajoute un temps équivalent en temps de séchage (Figure 6.12.a). À l'issue de l'essorage, la vitesse de rotation du panier est abaissée à une valeur faible (200 tr/min) qui permet de rendre négligeable l'effet centrifuge tout en homogénéisant le chauffage du gâteau et en limitant les vibrations de la machine. Lorsque ce régime de vitesse est atteint, le séchage micro-ondes est mis en œuvre.

Pour un essai couplé, la séparation est effectuée de façon identique jusqu'à la limite d'essorage. À ce moment là, la vitesse de rotation restant élevée le séchage micro-ondes est mis en œuvre pour une durée d'application égale à celle utilisée pour l'essai série (Figure 6.12.b).

Suivant la même logique, deux types d'essais ont été définis pour les bobines textiles (série et couplé). Pour un essai série, une bobine saturée est placée dans le panier et est essorée à une vitesse donnée. Le temps d'essorage, comme dans le cas des gâteaux de filtration, correspond au temps nécessaire

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

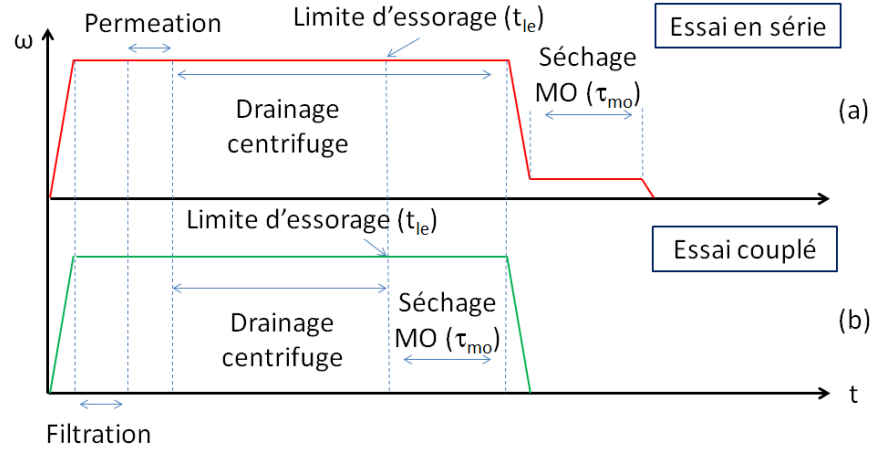


FIGURE 6.12 – Représentation des vitesses de rotation appliquées aux gâteaux de filtration pour les différentes étapes du procédé : essais série et couplé

pour atteindre la limite d'essorage auquel on rajoute un temps équivalent en temps de séchage (Figure 6.13.a). À l'issue de l'essorage, la vitesse de rotation du panier est abaissée à une valeur faible (200 tr/min) et le séchage micro-ondes est démarré.

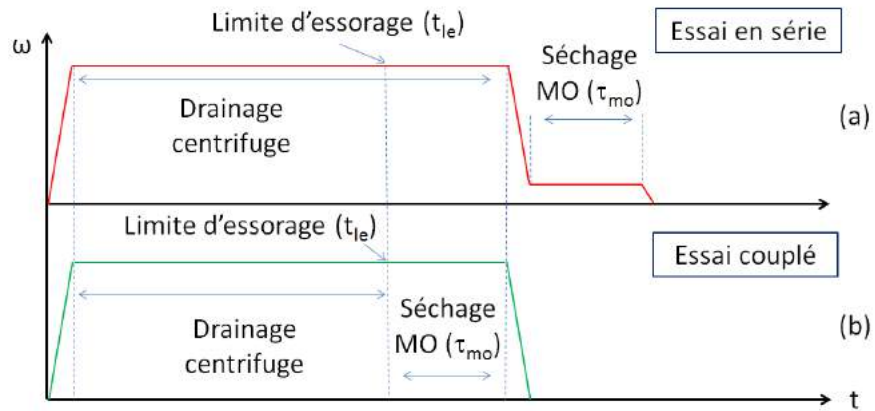


FIGURE 6.13 – Représentation des vitesses de rotation dans les essais série et couplé, pour les différentes étapes du procédé dans le cas des bobines textiles

Pour un essai couplé, le déroulement est le même jusqu'à la limite d'essorage. À ce moment là, la vitesse de rotation est maintenue à une valeur élevée et le séchage micro-ondes est mis en œuvre pour une durée d'application égale à celle utilisée pour l'essai couplé (Figure 6.13.b).

La comparaison des résultats des essais en série et couplé devrait permettre de conclure quand à l'influence de l'effet centrifuge sur le séchage micro-ondes d'un gâteau de filtration ou d'une bobine textile.

6.3.1 Séchage de gâteaux de filtration

Il a été choisi de mener des expériences sur des gâteaux de talc, qui sont des gâteaux peu perméables avec des effets capillaires importants, les paramètres opératoires d'intérêt sont nombreux et le Tableau 6.1 regroupe ceux dont on a choisi d'étudier l'influence ainsi que les gammes de valeurs explorées.

Produits	Talc
$\omega(tr/min)$	3000 et 4000
Force centrifuge moyenne (-)	1560 <i>g</i> et 2700 <i>g</i>
Épaisseur du gâteau (<i>mm</i>)	$6,6 \pm 0,15$ et $9,5 \pm 0,2$
Puissance MO incidente (<i>W</i>)	1200
Puissance spécifique moyenne (<i>W/g_{eau}</i>)	1,45 jusqu'à 2,49
Extraction de vapeur	Débit forcé

Tableau 6.1 – Différents paramètres des essais de séchage

L'influence de chaque paramètre du procédé sera analysée en comparaison aux essais de référence.

6.3.1.1 Définition de l'essai de référence en configuration série et couplée

Un essai de référence correspond à des essais effectués sur des gâteaux formés et essorés dans des conditions fixées (essais E21, E22 et E34, de l'annexe D). L'essorage est poursuivi jusqu'à la limite (telle qu'obtenue expérimentalement) de l'essorage. Les propriétés d'un *gâteau de référence* et

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

les conditions dans lesquelles il a été formé et essoré sont regroupées dans le Tableau 6.2.

Produit	Matériau	Talc
	Masse du gâteau sec (<i>g</i>)	2383 ± 55
	Épaisseur moyenne du gâteau (<i>mm</i>)	$9,5 \pm 0,2$
	Porosité (%)	49 ± 1
Essorage	Vitesse de rotation (<i>tr/min</i>)	4000
	Temps de rotation (<i>s</i>)	1800 + temps des MO
	Épaisseur sous toile (<i>mm</i>)	1.8
Quantité d'eau dans le gâteau	<i>W</i> (%)	$24,7 \pm 0,1$
	Masse d'eau (<i>g</i>)	581 ± 10
	Saturation (%)	70 ± 2

Tableau 6.2 – Les paramètres opératoires et caractéristiques de l'essorage des essais de référence

L'étude sur l'essorage présentée au chapitre 3 est basée sur les travaux de B. Léger [Leg08]. Elle a permis de montrer que la limite de l'essorage correspond à un équilibre entre force centrifuge et effets capillaires, qui est obtenu pour une distribution de saturation dont l'expression théorique peut s'exprimer en fonction des propriétés des gâteaux et de la vitesse de rotation. La distribution de saturation théorique pour un gâteau de référence est représentée sur la Figure 6.14. On observe qu'en fin d'essorage, une partie importante du gâteau reste saturée (zone saturée correspondant au pied capillaire), les effets capillaires pour les gâteaux de talc restant prépondérants, même pour des effets centrifuges de l'ordre de 2600 *g* (à 4000 *t/min.*).

Des essais de référence pour le séchage assisté par effet centrifuge en configuration couplée (essais de C1 jusqu'à C5 dans l'annexe D) et série (essais de S1 jusqu'à S4 dans l'annexe D) ont été réalisés dans les conditions opératoires présentées dans le tableau (Tableau 6.3).

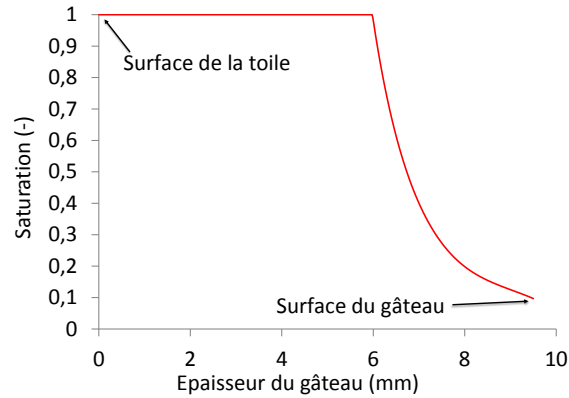


FIGURE 6.14 – Distribution théorique de la saturation dans le gâteau en fonction de la position dans le gâteau à la limite de l’essorage avec les données de l’essai E21 (annexe D)

Micro-ondes	Puissance incidente (W)	1181
	Puissance MO appliquée (W)	1072 ± 54
	Densité de puissance (W/g_{eau})	$1,83 \pm 0,08$
	Temps d’application des MO (s)	300, 450, 600 et 900
Extraction de vapeur (Débit forcé)	Débit d’air d’entrée (m^3/h)	$47,5 \pm 2,5$
	T d’air d’entrée ($^{\circ}C$)	41 ± 2
	Hr d’air d’entrée (%)	$11,5 \pm 3,5$

Tableau 6.3 – Les paramètres opératoires du séchage pour les essais de référence en configuration série ou couplée

6.3.1.2 Influence du temps de séchage micro-ondes pour les essais de référence en configuration série et couplée

Les essais de référence de séchage MO dans les configurations couplé (essais C1 à C5 annexe D) et série (essais S1 à S4 annexe D) ont été réalisés selon les conditions opératoires regroupées dans le Tableau 6.3. Chaque essai,

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

pour une configuration donnée, est similaire aux autres à l'exception du temps de séchage (temps d'application des MO) qui varie d'un essai à l'autre. De cette façon, les teneurs en eau mesurées par méthode gravimétrique en fin de chaque essai permettent de connaître l'évolution de la teneur en eau du gâteau au cours du séchage. Des essais strictement identiques ont aussi été réalisés pour évaluer la répétabilité des expériences. Les résultats sont analysés à partir :

- des teneurs en eau moyennes obtenues par pesée en fin de chaque essai,
- des données de teneur en eau du gâteau en moyenne par couche (superficielle ou profonde),
- des relevés de température de surface du gâteau (pyromètres) et dans la masse (thermo-boutons),
- des données sur l'air extrait (vitesse, température et humidité relative),
- des données de consommation énergétique.

Évolution de la teneur en eau :

La teneur en eau constitue le paramètre clé permettant de comparer l'efficacité du séchage entre le procédé couplé et le procédé série. En effet, pour un temps de séchage donné, la consommation énergétique est très proche dans les deux configurations. Une diminution sensible de la teneur en eau du procédé couplé par rapport au procédé série sera alors directement imputable à la superposition de l'effet thermique (chauffage diélectrique) à l'effet mécanique (centrifuge).

L'évolution de la teneur en eau du gâteau en fonction du temps de séchage est présentée sur la Figure 6.15, pour les essais en série et couplé. Il est important de noter ici que chaque point correspond à un essai différent.

On observe que la teneur en eau diminue de façon très comparable dans les deux configurations série et couplée. Pour les temps de séchage retenus, la teneur en eau du gâteau décroît linéairement avec le temps de séchage. Le séchage, aux temps courts ($< 20 \text{ min}$), s'effectue donc à flux-masse constant, pour des teneurs en eau comprises entre 25 et 12 %.

On note que, bien que de façon non significative (écarts très petites), pour un même temps de séchage, les teneurs en eau obtenues par le procédé série sont systématiquement inférieures à celles obtenues par le procédé couplé. On cherchera à interpréter cette tendance à partir de l'analyse de la distribution d'eau qui sera présentée ci-dessous.

L'interprétation des résultats de teneur en eau est très limitée à ce stade, car il est difficile de conclure si l'effet de couplage recherché ne se produit

pas ou s'il est contrecarré par un effet antagoniste.

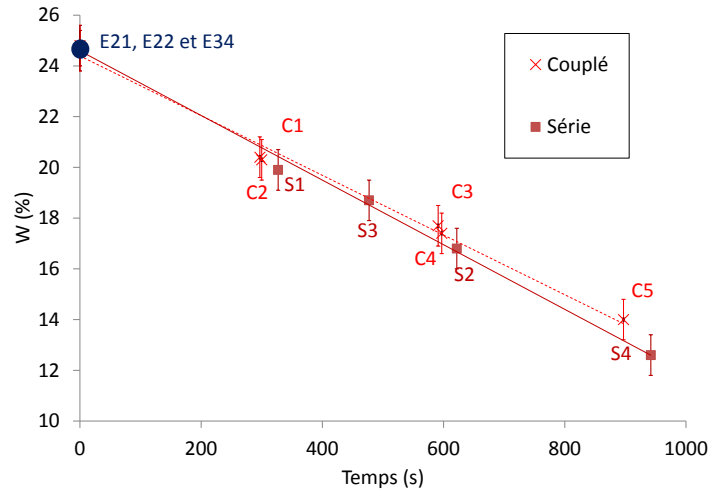


FIGURE 6.15 – Évolution de la teneur en eau pour les essais en configuration série et couplée à 4000 *tr/min*

Évolution de la répartition de la teneur en eau dans le gâteau :

On a pu montrer au travers de la synthèse bibliographique que le séchage MO se distinguait du séchage convectif par une inversion des gradients de température (chauffage à cœur *vs* chauffage en surface) qui conduisait à une homogénéisation de la teneur en eau dans le produit. Pour autant, l'essorage centrifuge préalable au séchage MO, conduit à une distribution d'eau très contrastée entre la surface du gâteau (zone superficielle) et le pied du gâteau (zone profonde). Pour cela, un suivi de la distribution d'eau dans le gâteau au cours du séchage est intéressant.

Cependant, les différentes tentatives pour essayer de réaliser des tranches de gâteau d'épaisseur constante ont échoué. Les gâteaux à faible teneur en eau étant friables, soit l'échantillon récupéré à l'aide d'un emporte pièce n'était pas intègre, soit la découpe était impossible. Il a donc été choisi de faire une mesure plus grossière consistant à prendre un échantillon de taille relativement importante, de le couper selon l'épaisseur en deux parties (approximativement égales) et de déterminer la teneur en eau des deux parties ainsi découpées qui seront désignées par la suite *partie superficielle* et *partie*

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

profonde (voir Figure 6.16).

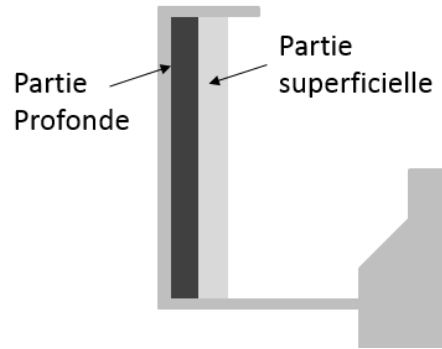


FIGURE 6.16 – Schéma des parties du gâteau : profonde et superficielle

Compte tenu de la difficulté à réaliser des découpes précises, l'incertitude retenue sur la mesure est relativement élevée.

La Figure 6.17 montre l'évolution de la teneur en eau du gâteau dans les parties profonde et superficielle, pour des essais en série et couplé.

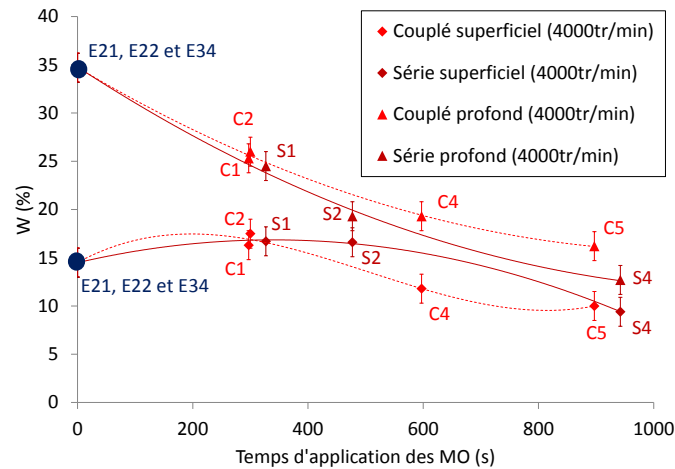


FIGURE 6.17 – Évolution de la teneur en eau dans la partie profonde et superficielle pour les essais en série et couplé

On peut observer qu'en fin d'essorage (temps initial du séchage) les écarts et d'humidité mesurés sont très élevés (35% dans la zone profonde et 15% dans

la zone superficielle). Cet écart prend de fait en compte la redistribution capillaire du liquide qui tend à homogénéiser la saturation dans le gâteau dès lors que la rotation du panier est interrompue.

La teneur en eau évolue alors différemment pour les procédés série et couplé :

- dans le cas du procédé série, on observe très clairement une diminution de l'écart des teneurs en eau entre les couches profonde et superficielle au cours du séchage jusqu'à un temps de 450 s où l'écart s'annule quasiment. La diminution de l'écart de teneur en eau entre parties superficielle et profonde est due à la baisse de la teneur en eau dans la partie profonde. En effet, la teneur en eau de la partie superficielle tend à augmenter légèrement alors qu'on observe une décroissance forte de la teneur en eau de la partie profonde (de 35% à 20% environ). Comme la teneur en eau de la partie superficielle varie très faiblement au début du séchage, on peut déduire que le flux-masse d'eau entrant provenant de la partie profonde est peu différent du flux-masse évacué à la surface du gâteau (Figure 6.18). Il n'est pas possible, en revanche, d'évaluer l'importance relative du flux-masse d'eau évacué du côté du média filtrant par rapport à celui évacué par la surface du panier.

Ensuite, l'évolution de la distribution de l'eau dans les deux couches diverge à nouveau, la partie superficielle s'asséchant plus rapidement que la partie profonde. L'homogénéisation observée de la teneur en eau dans le gâteau peut s'expliquer par deux mécanismes différents : un effet du champ de température résultant du chauffage à cœur, en accord avec les résultats de la littérature sur le séchage MO, une redistribution capillaire de l'eau dans le gâteau induite par la diminution de la vitesse de rotation du panier,

- pour le procédé couplé, les teneurs en eau des parties superficielle et profonde du gâteau évoluent de façon similaire à ce qui est observé pour le procédé série au début du séchage ($t \leq 300$ s). À partir de là, l'écart de teneur en eau entre les parties superficielle et profonde reste constant (environ 7%), les teneurs en eau évoluant de façon identique dans les deux parties. On peut supposer que l'effet centrifuge appliqué au produit ne permet pas la redistribution capillaire suspectée d'homogénéiser la teneur en eau dans la configuration série.

Il est intéressant d'évaluer l'importance de la redistribution capillaire qui doit intervenir en configuration série lorsqu'on abaisse la vitesse de rotation du panier. Le modèle d'essorage développé par B. Léger ([Leg08]) permet à priori de simuler ce mécanisme.

On a donc calculé la cinétique d'essorage d'un gâteau ayant des propriétés

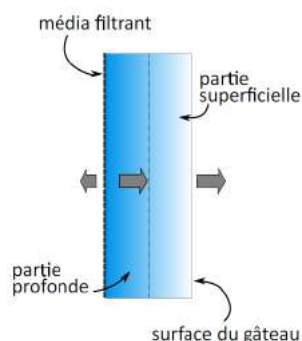


FIGURE 6.18 – Mouvement d'eau dans le gâteau pendant le début du séchage

similaires à celles obtenues pour les gâteaux de talc, avec la rotation du panier maintenue à 400 rad/s pendant 100 s et annulée par la suite. L'évolution du champ de saturation obtenue est donnée sur la Figure 6.19

Les champs de saturation après arrêt de la rotation du panier sont indiqués en pointillés. On constate qu'en un temps relativement court (200 s sur l'exemple donné) le champ de saturation s'est complètement modifié et les saturations quasiment homogénéisées sur toute l'épaisseur du gâteau.

Dans le cas d'un essai série, le rééquilibrage capillaire est donc un mécanisme très important qui permet de transférer une partie de l'eau de la couche profonde du gâteau vers la couche superficielle. Ce mécanisme est favorable au séchage si la surface principale d'échange de chaleur et de masse est la surface du gâteau, ce qui semble être le cas ici.

D'autre part, il apparaît que les contrastes de teneur en eau que l'on met en évidence expérimentalement intègrent une partie du rééquilibrage capillaire qui se met en place pendant la prise d'échantillon et la mesure de masse. Pour les essais en configuration couplée, il est probable que ces contrastes soient beaucoup plus marqués en réalité que ceux reportés expérimentalement.

Pour mieux mettre en évidence les contrastes de teneur en eau dans le gâteau, l'écart relatif de teneur en eau entre les parties profonde et superficielle a été tracé (Figure 6.20).

Le graphique met bien évidence des évolutions similaires aux temps courts ($\leq 300 \text{ s}$), et ensuite un maintien du contraste de teneur en eau pour le procédé couplé et une forte atténuation pour le procédé série.

Il est à noter que des points de mesures supplémentaires seraient nécessaires pour de faibles temps de séchage pour confirmer la similarité des comportements.

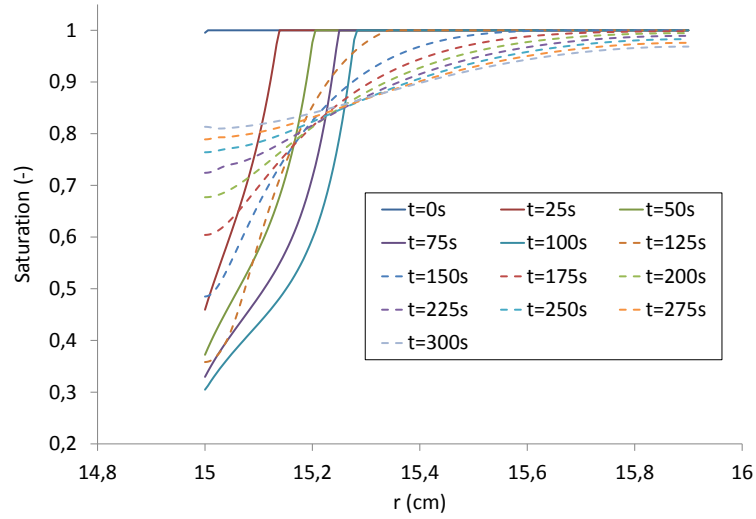


FIGURE 6.19 – Effet de rééquilibrage capillaire en cours d'essorage après arrêt de l'effet centrifuge

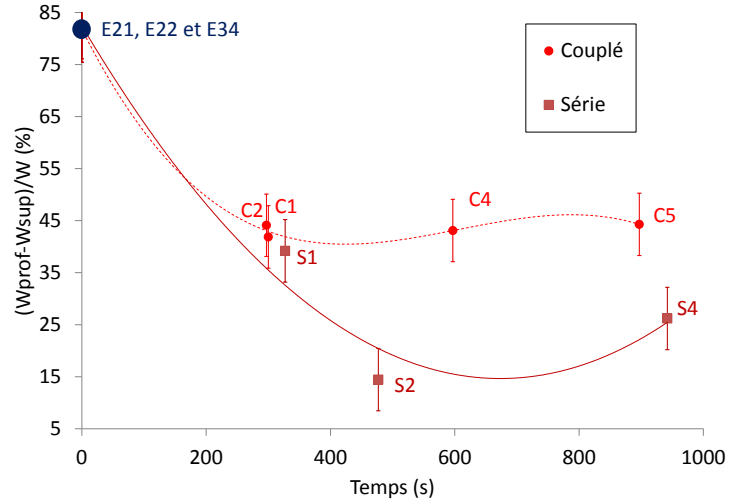


FIGURE 6.20 – Évolution de l'écart de la teneur en eau entre la partie profonde et superficielle pour les essais en série et couplés

Évolution des températures du gâteau :

L'implantation des pyromètres sur le couvercle de la machine permet la mesure de la température de surface du gâteau à trois hauteurs différentes : 50 mm, 100 mm et 150 mm du fond du panier. D'autre part, la température dans le gâteau (proche du média filtrant) peut être mesurée à l'aide de deux thermo-boutons placés à 50 mm et 100 mm du fond du panier (systèmes de mesures détaillés au chapitre 4).

Sur la Figure 6.21, les mesures de température de surface obtenues pour un essai série et un essai couplé sont comparées. Compte-tenu de la variabilité concernant la formation des gâteaux (forme de la surface du gâteau impactant la mesure des pyromètres) et de la difficulté à imposer des conditions opératoires strictement identiques, on peut estimer que l'erreur portant sur ces mesures est de $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

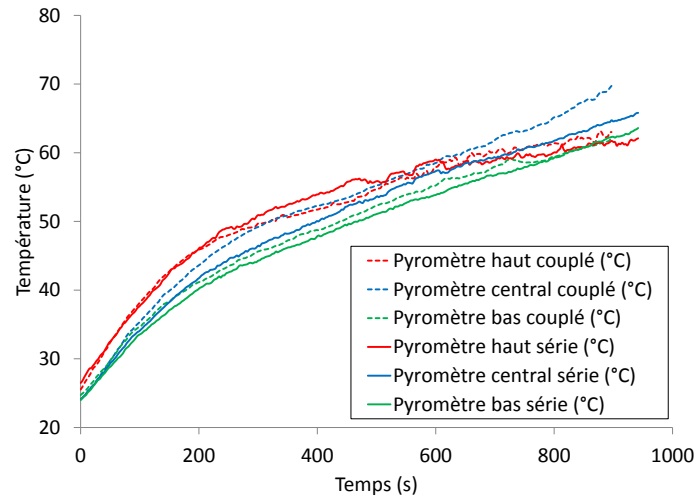


FIGURE 6.21 – Évolution des températures des pyromètres dans les essais série (S4) et couplé (C5)

La première remarque que l'on peut faire à partir des résultats de la Figure 6.21 est que l'évolution des températures de surface du gâteau pour des essais série et couplé est très similaire, sur la période de séchage considérée. Ce résultat est surprenant si l'on considère les estimations des coefficients d'échange convectifs obtenues par simulation numérique et qui montraient clairement une influence de la vitesse de rotation du panier sur les échanges

de chaleur à la surface du gâteau.

À vitesse élevée (4000 *t/min.*), pour un même débit d'injection d'air, le coefficient d'échange est environ 250% plus élevé qu'à vitesse réduite (200 *t/min.*). On devrait donc observer une évolution des températures de surface plus lente dans le cas de l'essai couplé. Cependant, comme l'analyse des teneurs en eau dans le gâteau a pu le montrer, la distribution d'eau dans la gâteau pour les essais série et couplé évolue de façon très différente. Pour un essai couplé, l'effet centrifuge tend à maintenir le liquide (phase dense) au voisinage du média filtrant, laissant au voisinage de la surface une zone à faible saturation. La situation est très différente pour un essai série pour lequel la distribution d'eau dans le gâteau au cours du séchage a tendance à s'homogénéiser. De ce fait, les densités de puissance appliquées au liquide au voisinage de la surface du gâteau sont plus élevées pour le procédé couplé, ce qui devrait conduire à une élévation de température interne plus rapide, soit à des gradients de température plus élevés à proximité de la surface du gâteau (puisque les températures de surface pour le procédé série et couplé sont peu différentes). Les flux de chaleur étant plus élevés, ils doivent être dissipés en surface par des échanges convectifs plus intenses.

Une comparaison des températures mesurées à l'intérieur du gâteau peut être faite entre un procédé série et un procédé couplé (Figure 6.22). Cependant, la mesure de cette température doit être considérée avec prudence. En effet, les thermo-boutons mesurent une température comprise entre la température de la face du capteur en contact avec le gâteau et celle en contact avec la toile de filtration, en raison du positionnement du capteur.

Comme dans le cas de la température de surface des gâteaux, l'évolution de la température à l'intérieur du gâteau est très similaire pour les essais en configuration série et couplée. Il est donc difficile, à partir des données de température internes au gâteau, de trouver une signature du couplage entre effet mécanique et thermique.

Extraction de vapeur :

Pour suivre l'évolution de la teneur en eau du gâteau au cours du séchage, il est possible de déterminer la masse d'eau extraite par le flux d'air traversant la machine au moyen des mesures de température, d'humidité relative et de vitesse d'air réalisées en entrée et en sortie de la veine d'air. L'évolution de la quantité d'eau extraite du gâteau pendant les 300 premières secondes du séchage (temps de l'essai le plus court) est présentée sur la Figure 6.23 pour les essais série et couplé S1, S4, C1, C4 et C5.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

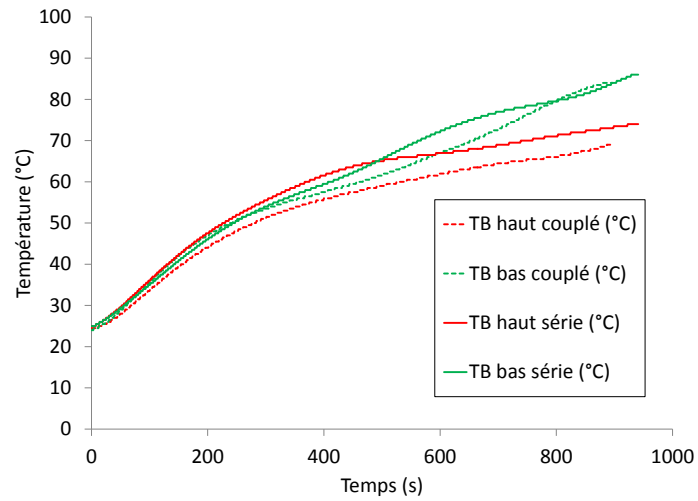


FIGURE 6.22 – Évolution des températures des thermo-boutons dans les essais série (S4) et couplé (C5)

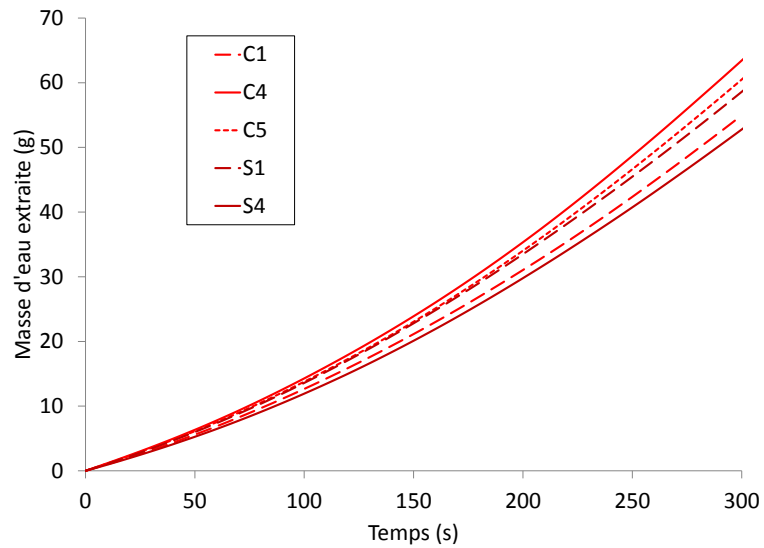


FIGURE 6.23 – Bilan de masse d'eau entre l'air entrant et sortant du carter pour différents essais : S1, S4, C1, C4 et C5

Le graphique Figure 6.23 montre que les incertitudes de mesure sur la vitesse, l'humidité relative et la température de l'air sont suffisamment importantes pour que l'on ne puisse pas distinguer les courbes les unes des autres et montrer une tendance entre les essais en série et couplé.

D'autre part, la comparaison des masses d'eau extraites obtenues par la méthode du bilan de masse d'eau sur le flux d'air avec celles déterminées par pesée sur des échantillons de gâteau en fin d'essai permet de donner une idée sur la fiabilité de cette méthode. Les résultats correspondants sont regroupés dans le Tableau 6.4.

	Masse d'eau évacuée (g) (<i>mesure par pesée</i>)	Masse d'eau évacuée (g) (<i>mesure sur air extrait</i>)
S1	108	66
S4	284	248
C1	98	54
C4	173	163
C5	256	263

Tableau 6.4 – Masse d'eau extraite des gâteaux, mesurée par pesée sur échantillon de gâteau et par mesures sur air extrait

Dans quatre essais sur cinq, la quantité d'eau extraite du gâteau déterminée par pesée est plus grande que celle obtenue par bilan sur le flux d'air.

On peut justifier ces différences en remarquant que pendant l'intervalle de temps nécessaire à la prise d'échantillon et à la mesure de masse, l'échantillon étant chaud et mis en contact avec de l'air non saturé, il va perdre une quantité d'eau non négligeable.

Par contre, dans l'essai C5 l'écart est inversé. La quantité d'air extraite obtenue par bilan sur le flux d'air dans cet essai est physiquement impossible et doit correspondre à un problème de mesure.

On constate donc que le système de suivi de la déshydratation du gâteau par mesure sur le flux d'air de balayage n'est pas assez précis pour permettre de suivre la teneur en eau du gâteau au cours du temps.

Consommation énergétique :

L'analyse de l'évolution de la teneur en eau du gâteau avec le temps n'a pas permis de montrer l'intérêt, dans la configuration expérimentale utilisée, de la superposition des effets mécaniques (centrifuge) et thermique (MO). De

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

façon évidente, considérer les deux types d'essai (série et couplé) du point de vue de la consommation d'énergie ne va pas apporter d'élément nouveau. Cela va cependant permettre de donner les ordres de grandeur des énergies spécifiques consommées, d'une part, et mettre en lumière qu'aux temps courts de séchage la configuration couplée semble entraîner des consommations spécifiques plus faibles.

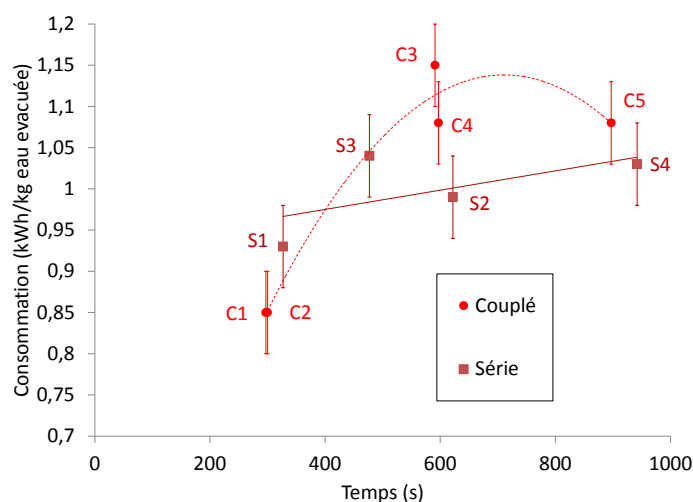


FIGURE 6.24 – Évolution de l'énergie spécifique consommée avec le temps de séchage dans les configuration série et couplée

La Figure 6.24 montre l'évolution des consommations spécifiques pour les deux configurations. On constate que l'ordre de grandeur des énergies consommées est autour d' 1 kWh/kg et qu'il est, en moyenne, sensiblement égal pour les configurations série et couplée. Cette valeur indique que le mode d'application des MO est relativement efficace puisqu'elle correspond aux consommations relevées pour des systèmes industriels de séchage MO.

En regardant plus en détails la Figure 6.24, on observe que l'énergie spécifique consommée dans la configuration couplée, pour un temps de séchage de 300 s est légèrement plus faible que pour la configuration série (voir Tableau 6.5). Si la différence obtenue n'est pas significative, on peut néanmoins supposer que pour la configuration couplée, l'effet d'élévation de température est susceptible de perturber l'équilibre capillaro-centrifuge obtenu par essorage (effet de tension de surface et de viscosité) et de mobiliser une partie de l'eau libre du gâteau. L'eau ainsi évacuée serait produite à un coût

énergétique moindre.

Si tel est le cas, on constate aussi que pour des temps de séchage plus longs, la configuration couplée semble conduire à des énergies spécifiques consommées plus élevées. Des effets antagonistes à ceux opérants aux temps courts doivent alors entrer en ligne de compte. L'évolution de la consommation spécifique pour la configuration couplée semble ensuite se stabiliser alors que pour la configuration série une tendance à l'augmentation est notée.

Il faut insister sur les incertitudes importantes qui accompagnent les résultats d'énergie spécifique et qui doivent de fait limiter la portée des interprétations données.

Essai	consommation ($kWh/kg_{eau\ extraite}$)
Série	$0,99 \pm 0,06$
Couplé au début (300s)	0,85
Couplé (à partir de 300s)	$1,12 \pm 0,03$

Tableau 6.5 – Quelques valeurs d'énergies spécifiques pour les essais de référence

6.3.1.3 Influence de la vitesse de rotation

Un changement de vitesse de rotation de la centrifugeuse va modifier la quantité d'eau présente dans le gâteau en fin d'essorage (saturation du milieu poreux) et aura un effet mineur sur les propriétés du gâteau, en particulier la porosité, la perméabilité et les paramètres capillaires.

Des essais d'essorage ont été réalisés (essais E11, E12 et E13 annexe D) pour déterminer la quantité d'eau dans le gâteau et atteindre, au travers du modèle d'essorage, la distribution d'eau à l'équilibre. Les paramètres principaux des essais sont détaillés dans le Tableau 6.6.

En utilisant l'étude sur l'essorage présentée dans le chapitre 3, la distribution de saturation dans un gâteau formé à $3000\ tr/min$, dans les conditions répertoriées dans le Tableau 6.6, est donnée sur la Figure 6.25.

Nous pouvons observer qu'avec une vitesse de rotation plus faible, le gâteau de talc ne se désature que très peu, le pied capillaire s'établissant à proximité de la surface du gâteau.

Les essais à $3000\ tr/min$ dans les configurations couplée (essais couplés C6 et C7 annexe D) et série (essais S5 et S6 annexe D) ont été réalisés dans les conditions opératoires présentées dans le Tableau 6.7.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Produit	Matériau	Talc
	Masse du gâteau sec (<i>g</i>)	2381 ± 21
	Épaisseur du gâteau (<i>mm</i>)	$9,5 \pm 0,2$
	Porosité (%)	52 ± 1
Essorage	Vitesse de rotation (<i>tr/min</i>)	4000
	Temps de rotation (<i>s</i>)	2400 + temps des MO
	Épaisseur sous toile (<i>mm</i>)	1.8
Quantité d'eau dans le gâteau	<i>W</i> (%)	$32,4 \pm 0,4$
	Masse d'eau (<i>g</i>)	774 ± 20
	Saturation (%)	90 ± 3

Tableau 6.6 – Paramètres et caractéristiques de l'essorage des essais réalisés à 3000 *tr/min*

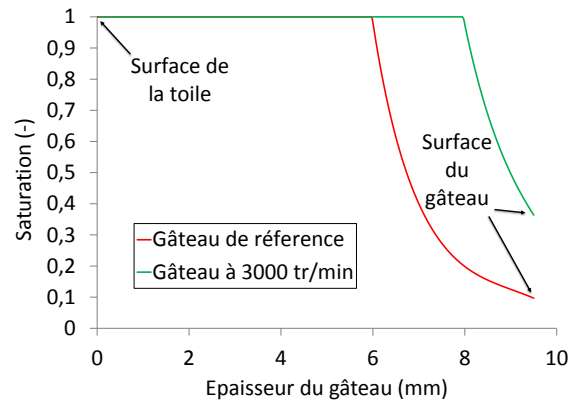


FIGURE 6.25 – Distribution de la saturation selon l'épaisseur du gâteau à l'équilibre capillaro-centrifuge (données de l'essai E11 annexe D)

Outre la distribution d'eau modifiée par le changement de vitesse d'essorage, la teneur en eau d'un gâteau essoré à 3000 *t/min* est plus élevée qu'à 4000 *t/min*, il en résulte qu'en conduisant le séchage à puissance égale (1200 *W*) la densité de puissance appliquée au produit sera plus faible.

Pour analyser l'influence de la vitesse de rotation sur la déshydratation

Micro-ondes	Puissance incidente (W)	1181
	Puissance appliqué (W)	1090 ± 38
	Puissance spécifique moyenne (W/g_{eau})	$1,42 \pm 0,05$
	Temps d'application des MO (s)	300 et 1200
Extraction du vapeur (Débit forcé)	Débit d'air d'entrée (m^3/h)	45 ± 5
	T d'air d'entrée ($^{\circ}C$)	40 ± 2
	Hr d'air d'entrée (%)	9 ± 2

Tableau 6.7 – Les paramètres de séchage du groupe des essais à 3000 tr/min

couplant essorage et apport thermique par micro-ondes, les essais réalisés à 3000 tr/min seront comparés aux essais de référence (à 4000 tr/min). Le fait que le changement de vitesse modifie l'équilibre de l'eau dans le gâteau et la quantité d'eau résiduelle en fin d'essorage, sera un facteur important à prendre en compte.

Comme pour l'étude sur l'influence du temps de séchage pour les *essais de référence*, l'impact de la vitesse de rotation sera évalué sur les différents paramètres mesurés, en comparant les essais en configuration couplée et série, d'une part et les essais menés à 3000 tr/min et 4000 tr/min , d'autre part.

Évolution de la teneur en eau avec le temps de séchage :

La Figure 6.26 présente l'évolution de la teneur en eau du gâteau en configuration série et couplée pour les deux vitesses de rotation retenues.

L'évolution de la teneur en eau du gâteau montre un effet négatif de la superposition des effets mécanique et thermique à 3000 tr/min . On observe, en effet, que la diminution de la teneur en eau est plus faible en configuration couplée qu'en configuration série.

Par ailleurs, le comportement des essais à 3000 tr/min est analogue au comportement des essais de référence. En particulier, on note que la teneur en eau semble évoluer linéairement avec le temps de séchage (à 3000 tr/min peu de points de mesure) et que pour les essais série à 3000 et 4000 tr/min , le flux-masse d'eau évacuée est très proche ce qui montre que la différence

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

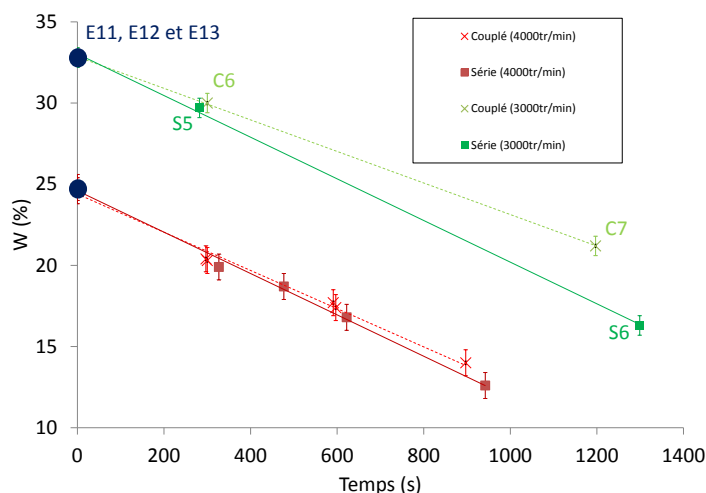


FIGURE 6.26 – Évolution de la teneur en eau pour les essais en série et couplé à 3000 et 4000 tr/min

de densité de puissance imposée au produit et liée à la masse d'eau initiale n'impacte pas le séchage.

Évolution de la répartition de la teneur en eau :

Comme dans l'analyse des essais de référence, les échantillons de gâteaux de filtration ont été découpés en deux parties : parties profonde (proche du média filtrant) et partie superficielle. L'évolution de la teneur en eau des ces deux parties sera analysée en série et en couplé, et sera comparée aux essais de référence à 4000 tr/min .

La Figure 6.27 montre les évolutions des teneurs en eau des parties profonde et superficielle du gâteau.

Le nombre de points de mesure à 3000 tr/min est inférieur à celui à 4000 tr/min (essais de référence) et l'interprétation des données devient plus difficile.

On constate, néanmoins, qu'à 3000 tr/min l'écart de teneur en eau entre les deux parties du gâteau est nettement moins prononcé qu'à 3000 tr/min , comme le prévoyait le modèle d'essorage.

Nous pouvons aussi noter que le comportement à 3000 tr/min est proche de celui observé pour les essais de référence. Dans les essais couplés, en raison

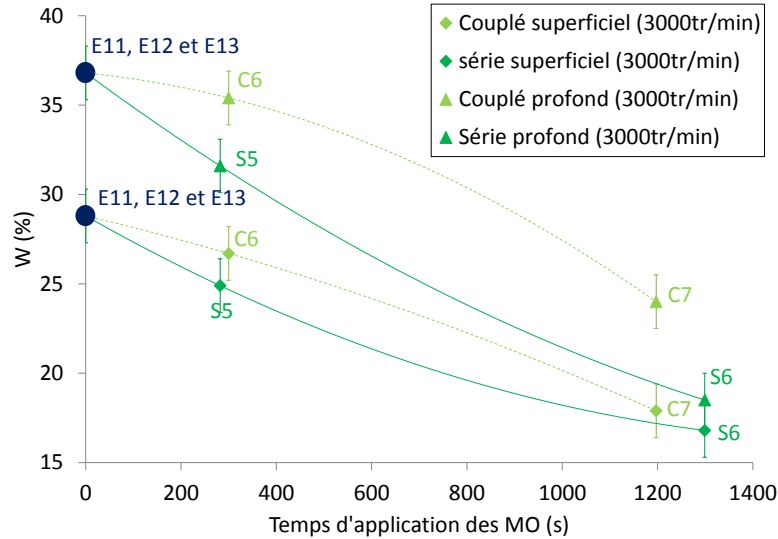


FIGURE 6.27 – Évolution de la teneur en eau des parties profonde et superficielle pour les essais en série et couplé à 3000 tr/min

de la force centrifuge, la partie profonde reste plus saturée. Ceci suggère que le transfert d'eau au niveau de la surface du panier est limité et que la migration d'eau vers la surface du gâteau est pénalisée par l'effet centrifuge alors que dans l'essai série, l'eau s'homogénéise plus facilement dans le gâteau.

Pour mieux mettre en évidence ces aspects, on a reporté sur la Figure 6.28 l'écart de teneur en eau entre les deux parties du gâteau. Dans ce graphique, on peut observer les différences de comportement des configurations série et couplé. En couplé, la partie profonde se déshydrate moins rapidement que la partie superficielle et l'écart de teneur en eau augmente avec la durée de séchage, alors que le comportement opposé est obtenu en configuration série. Comme pour les essais de référence, ceci montre, qu'en configuration série, le flux d'eau évacué au niveau de la partie profonde est plus important que pour la partie superficielle, suggérant que la redistribution capillaire associée aux effets de gradient de température permet un transfert d'eau efficace vers la surface du gâteau. En revanche, en configuration couplée, l'effet centrifuge bloque la redistribution capillaire et maintient une forte humidité dans la partie du gâteau proche du média filtrant.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

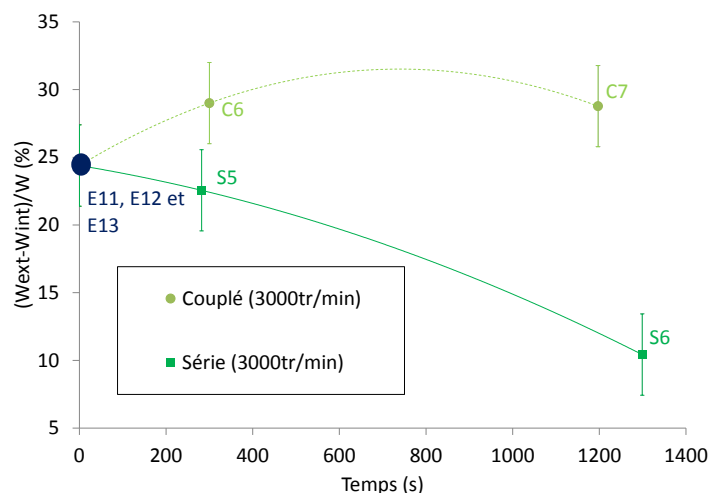


FIGURE 6.28 – Évolution de l'écart de teneur en eau entre les parties profonde et superficielle pour les essais série et couplé à 3000 tr/min

Consommation énergétique :

Les consommations spécifiques d'énergie associées aux essais à 3000 tr/min en série et couplé sont reportées sur la Figure 6.29. On constate que les énergies spécifiques sont plus élevées que celles déterminées pour les essais de référence que ce soit en configuration série ou couplée. Ceci est surprenant puisque, comme indiqué plus haut, la quantité d'eau initiale dans le gâteau (en début de séchage) à 3000 tr/min est plus élevée que pour les essais de référence à 4000 tr/min , avec, en conséquence, une fraction d'eau « facilement extractible » plus élevée. En revanche, la densité de puissance appliquée au produit est plus faible à 3000 tr/min que pour les essais de référence. Sur les Figures 6.30 et 6.31 on a représenté l'évolution des températures respectivement de surface du gâteau et internes au gâteau, pour les configurations séries à 3000 et 4000 tr/min . La comparaison des températures ne permet pas, néanmoins de mettre en évidence une montée en température plus lente pour les gâteaux essorés à 3000 tr/min qui aurait pu s'expliquer par une masse d'eau plus importante à chauffer.

D'autre part, l'énergie spécifique consommée à 3000 tr/min en configuration couplé est nettement plus élevée qu'à 4000 tr/min . Étonnamment, la rotation du panier pénalise plus le séchage à 3000 tr/min qu'à 4000 tr/min ,

ce qui semble indiquer que des effets antagonistes liés à la centrifugation interviennent dans les processus physique en configuration couplé.

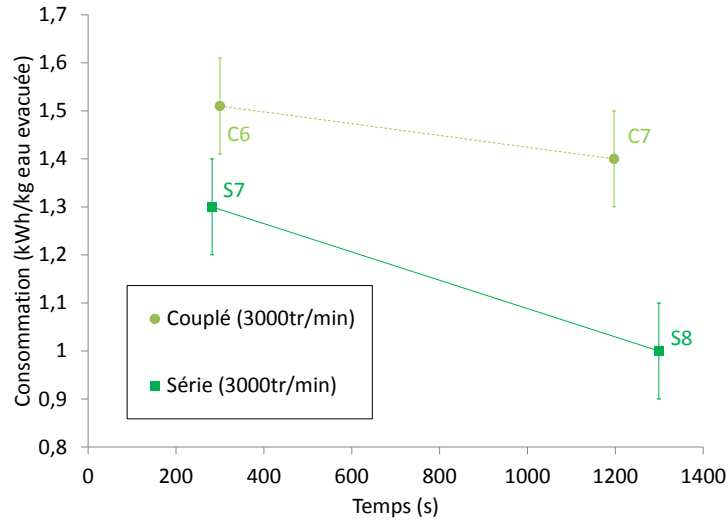


FIGURE 6.29 – Évolution des énergies spécifiques consommées dans les essais série et couplé à 3000 tr/min

6.3.1.4 Influence de l'épaisseur du gâteau

Dans cette partie, l'épaisseur du gâteau a été modifiée dans le but d'étudier l'influence de la densité de puissance micro-ondes. En effet, pour un gâteau plus fin, la densité de puissance micro-ondes sera plus élevée que celle appliquée dans les essais de référence. Il faut garder en mémoire que sont aussi modifiés la distribution d'eau et le champ de pression liquide dans le gâteau lorsqu'on modifie l'épaisseur de ce dernier. Cependant, pour augmenter la densité de puissance appliquée au produit, la puissance du générateur étant limitée à 1200 W et la centrifugeuse ne permettant pas d'augmenter au-delà la déshydratation mécanique, la seule possibilité a été de former des gâteaux plus fins contenant moins d'eau.

Pour les gâteaux de plus faible épaisseur, les paramètres de l'essorage sont indiqués dans le Tableau 6.8.

La distribution théorique de la saturation pour un gâteau de faible épaisseur a été calculée à partir de la valeur de teneur en eau en fin d'essorage (Figure 6.32).

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

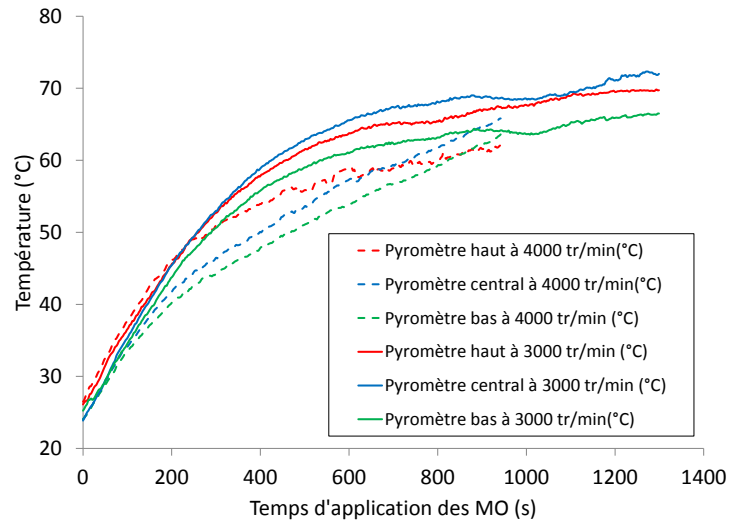


FIGURE 6.30 – Évolution des températures de surface du gâteau pour les essais série à 3000 et 4000 tr/min

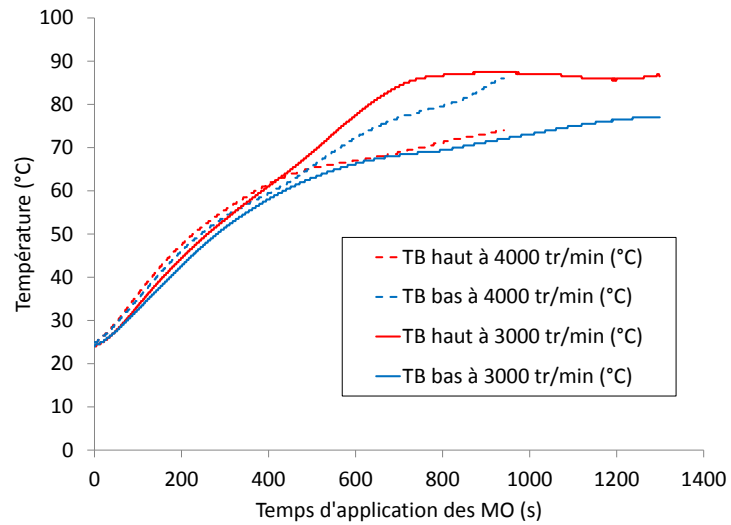


FIGURE 6.31 – Évolution des températures internes au gâteau pour les essais série à 3000 et 4000 tr/min

6.3. SÉCHAGE MICRO-ONDES

Produit	Matériau	Talc
	Masse du gâteau sec (g)	1582 ± 21
	Épaisseur du gâteau (mm)	$6,6 \pm 0,2$
	Porosité (%)	49 ± 1
Essorage	Vitesse de rotation (tr/min)	4000
	Temps de rotation (s)	1800 + temps des MO
	Épaisseur sous toile (mm)	1.8
Quantité d'eau dans le gâteau	W (%)	28,5
	Masse d'eau (g)	453 ± 5
	Saturation (%)	65 ± 2

Tableau 6.8 – Paramètres et caractéristiques de l'essorage des essais réalisés avec un gâteau de faible épaisseur

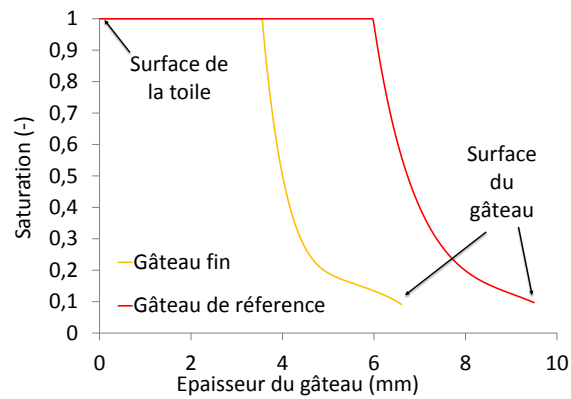


FIGURE 6.32 – Distribution théorique de la saturation dans le gâteau en fonction de la position radiale à la limite de l'essorage (données de l'essai E23 annexe D)

Des essais avec un gâteau de plus faible épaisseur dans les configurations couplée (essais de C8 et C9 annexe D) et série (essais de S7 et S8 annexe D) ont été réalisés dans les conditions opératoires présentées dans le Tableau 6.9.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Micro-ondes	Puissance incidente (W)	1181
	Puissance MO appliquée (W)	1091 ± 26
	Puissance spécifique moyenne (W/g_{eau})	$2,43 \pm 0,07$
	Temps d'application des MO (s)	300 et 900
Extraction du vapeur (Débit forcé)	Débit d'air d'entrée (m^3/h)	45 ± 5
	T d'air d'entrée ($^{\circ}C$)	41 ± 1
	Hr d'air d'entrée (%)	13 ± 3

Tableau 6.9 – Paramètres opératoires utilisés pour le séchage de gâteaux de faible épaisseur

Nous pouvons constater qu'une diminution de la quantité d'eau présente dans le gâteau a permis une augmentation de la densité de puissance de plus de 30 % par rapport aux essais de référence (de 1,83 à 2,43 W/g_{eau}).

On constate aussi une augmentation de la teneur en eau entre le gâteau formé dans les conditions de référence et le gâteau de plus faible épaisseur. Cependant, la faible augmentation de la teneur en eau entre le gâteau de faible épaisseur et celui de référence n'est explicable, d'un point de vue théorique, que si la pression d'entrée p_b est fortement réduite, comme on peut le déduire de la Figure 6.32. On observe en effet que le pied capillaire pour le gâteau de faible épaisseur est beaucoup plus réduit que pour le gâteau de référence. Or, le rayon capillaire qui détermine la taille du pied capillaire dépend directement de la pression d'entrée, comme l'indique l'équation (3.15). La variation d'épaisseur du gâteau pourrait donc s'accompagner d'une variation importante de la structure du gâteau. Pour le confirmer, il faudrait se tourner vers les cinétiques de drainage. Malheureusement, celles-ci ne sont pas disponibles pour les drainages réalisés avec des gâteaux de faible épaisseur, le dispositif de double pesée n'ayant pas été utilisé pour ces essais.

Évolution de la teneur en eau :

L'évolution de la teneur en eau au cours du séchage avec gâteau de faible épaisseur, pour les configurations série et couplé est montrée sur la Figure

6.33. On a reporté sur ce même graphique l'évolution de la teneur en eau des essais de référence.

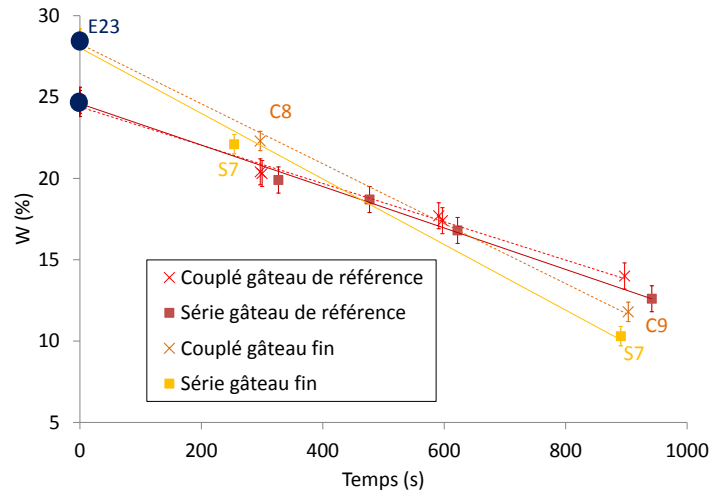


FIGURE 6.33 – Évolution de la teneur en eau au cours du séchage pour les essais série et couplé avec gâteau de faible épaisseur : comparaison avec les essais de référence

On constate que pour les deux configurations (série et couplée) la décroissance de la teneur en eau est plus forte pour le gâteau de faible épaisseur que pour le gâteau de référence. Ainsi, malgré une teneur en eau initiale plus élevée des gâteaux fins, les courbes se croisent pour un temps de séchage d'environ 600 s. On peut probablement attribuer ce résultat à l'augmentation de la densité de puissance résultant de la diminution de la quantité d'eau dans la machine.

Par ailleurs, l'augmentation de la densité de puissance ne permet pas de mettre en évidence un effet de synergie entre effet mécanique et thermique pour la configuration couplée. Les évolutions de teneur en eau pour les deux configurations sont assez proches. On observe même un séchage légèrement plus rapide (à énergie consommée équivalente) pour la configuration série.

Évolution de la répartition de la teneur en eau :

Comme précédemment, on a cherché à obtenir l'évolution de la teneur en eau des deux parties de gâteaux superficielle et profonde. Les résultats

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

obtenus sont reportés sur la Figure 6.34.

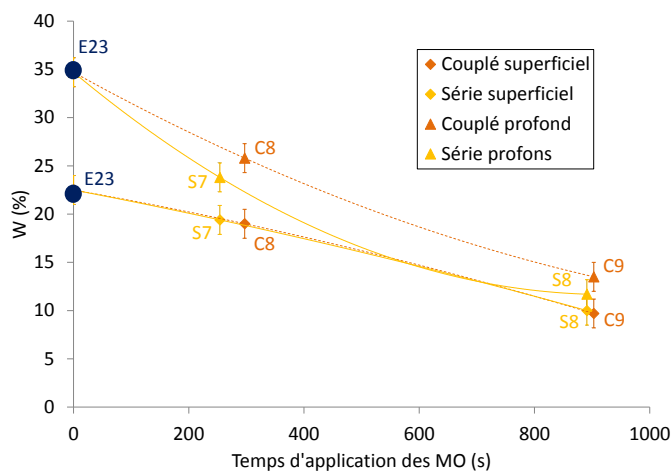


FIGURE 6.34 – Évolution de la teneur en eau dans la partie profonde et superficielle pour les essais en série et couplés avec un gâteau fin

Les conclusions sont les mêmes que précédemment : une distribution initiale qui montre une répartition de l'eau très différente entre la partie profonde et la partie superficielle, cette différence s'estompant rapidement pour la configuration série et restant marquée pour la configuration couplée. Cette constatation est renforcée sur le graphique montrant l'écart relatif de teneur en eau entre la partie profonde et la partie superficielle (Figure 6.35).

Consommation énergétique :

Sur la Figure 6.36 sont tracées les énergies spécifiques consommées pour les configurations série et couplée. On note qu'à la différence des courbes d'énergie spécifique présentées jusqu'ici, les valeurs à 300 s sont relativement faibles et tendent à remonter légèrement par la suite.

D'autre part, même si les écarts ne sont pas très significatifs, on observe que la consommation d'énergie pour la configuration série est plus faible que pour la configuration couplée.

Enfin, si l'on compare l'énergie spécifique consommée pour un gâteau de faible épaisseur à celle consommée dans les conditions de référence, on note une diminution sensible que l'on peut attribuer à l'augmentation de la densité de puissance appliquée au produit. On pouvait faire la même remarque entre

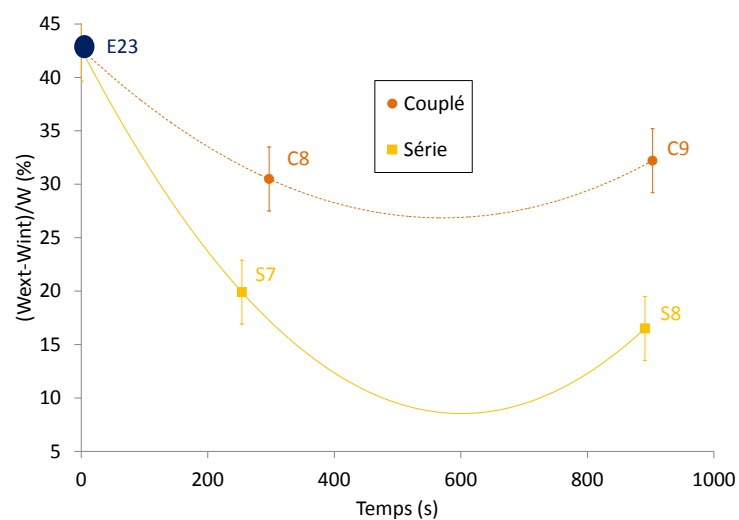


FIGURE 6.35 – Évolution de l'écart de la teneur en eau entre la partie profonde et superficielle du gâteau pour les essais série et couplé pour un gâteau de faible épaisseur

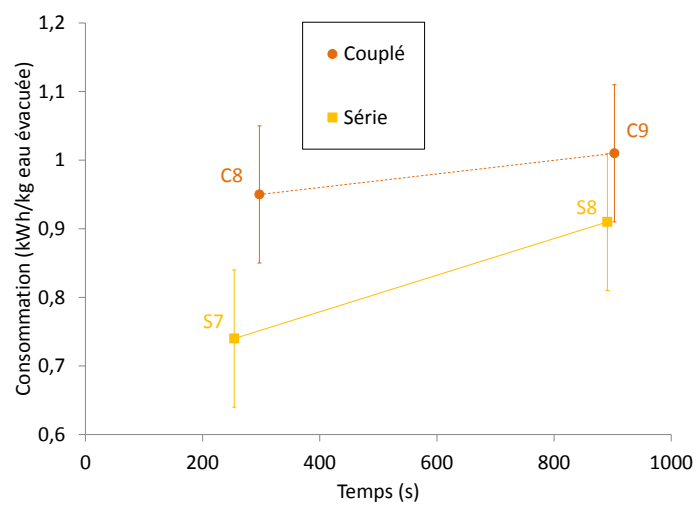


FIGURE 6.36 – Évolution des énergies spécifiques consommées dans les essais série et couplé pour un gâteau de faible épaisseur

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

les consommations spécifiques obtenues dans les conditions de référence et à 3000 t/min où le gâteau de référence soumis à une densité de puissance plus élevée a été séché avec énergie spécifique consommée plus faible.

6.3.1.5 Importance de la conception du dispositif

Dans les différents aspects que nous avons analysés dans la partie dédiée à l'étude expérimentale du procédé d'essorage assisté par micro-ondes appliqué aux gâteaux de filtration, nous avons pu dégager plusieurs aspects :

- en premier lieu, quelles que soient les conditions dans lesquelles sont réalisées les essais, à la fin de la phase d'essorage, la majeure partie de l'eau est localisée au voisinage de la paroi du panier. Le séchage micro-ondes, en configuration série ou couplée, se déroule dans ces conditions avec la partie du gâteau plus proche de la paroi du panier toujours plus saturée en eau que la partie superficielle, et ce phénomène est accentué dans le cas du procédé couplé,
- en second lieu, comme on l'a expliqué dans la section 6.2, le champ électrique est minimum à proximité des parois métalliques du panier, où est concentrée la majeure partie de l'eau. Autrement dit, pour la conception du pilote utilisé avec des gâteaux de filtration, la conversion d'énergie micro-ondes est la plus faible aux endroits où il y a le plus d'eau,
- en troisième lieu, la partie la plus importante des échanges de chaleur et de masse avec l'air traversant la machine se fait à la surface du gâteau, qui est la partie la moins saturée et qui est placée, relativement aux faces du gâteau, à l'opposée de la direction des effets de la force centrifuge. Une représentation schématique du mécanisme est donnée sur la Figure 6.37.

Nous pouvons conclure que dans la configuration actuelle du pilote expérimental, pour des gâteaux de filtration, nous avons deux phénomènes principaux qui empêchent de mettre en évidence une synergie (si elle existe) entre les effets mécanique et thermique :

- la majeure partie de l'eau est localisée au voisinage des parois métalliques du panier, où le transfert de puissance micro-ondes est faible,
- l'essentiel de l'extraction de vapeur se produit à la surface d'entrée du gâteau à l'opposé de laquelle l'effet centrifuge entraîne l'eau contenue dans le gâteau.

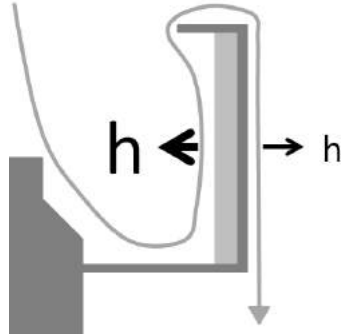


FIGURE 6.37 – Représentation schématique des échanges convectifs au niveau des différentes surfaces du panier exposées au flux d'air

6.3.2 Séchage de bobines textiles

Les essais de déshydratation mécanique assistée thermiquement pour les bobines textiles ont été réalisés avec des bobines de *Ruban Reacryl 3,3*. L'étude sur l'essorage de ces bobines a été présentée dans la section 5.5.2. À la différence des gâteaux de filtration, il est difficile de proposer un modèle théorique décrivant l'essorage de bobines textiles car elles présentent à la fois une structure très hétérogène et très déformable.

En revanche, le séchage micro-ondes des bobines textiles dans la configuration du pilote offre deux avantages cruciaux qui doivent permettre de mettre œuvre la superposition de l'effet centrifuge et du chauffage micro-ondes de façon optimale :

- le premier avantage est que la paroi extérieure du panier a été conçue de façon à être transparente aux micro-ondes (voir section 4.7.1), en conséquence le champ électrique ne sera pas atténué au niveau de la périphérie de la bobine où est localisée l'essentiel de l'humidité,
- le deuxième avantage est que l'échange convectif et l'extraction de vapeur se feront principalement au niveau de la surface extérieure de la bobine vers laquelle l'eau sera entraînée par la force centrifuge (Figure 6.38).

On peut donc s'attendre à ce que les résultats de séchage en configuration série et couplée conduisent à des cinétiques de séchage qui soient significativement différentes.

Les paramètres opératoires utilisés dans l'étude sur la déshydratation centrifuge couplée à un apport thermique par micro-ondes sont reportés dans le Tableau 6.10.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

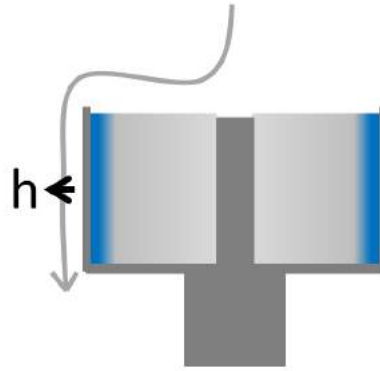


FIGURE 6.38 – Représentation schématique de la distribution de l'eau dans la bobine textile et de la surface d'échange de chaleur et de masse

Produits	Ruban Leacryl 3,3
$\omega(tr/min)$	2000 et 3000
Force centrifuge moyenne (-)	375 g et 845 g
Puissance MO incidente (W)	770 ± 70
Puissance spécifique moyenne (W/g_{eau})	4,3 jusqu'à 6,3
Extraction de vapeur	Débit forcé

Tableau 6.10 – Jeu de paramètres opératoires utilisé pour les essais de séchage des bobines textiles

6.3.2.1 Définition de l'essai de référence pour les bobines textile, configuration série et couplée

L'essai de référence textile est défini à partir des résultats de l'étude d'essorage menée sur des bobines textiles de *Ruban Reacryl 3,3* présentée dans la section 5.5.2 pour une vitesse de 2000 *tr/min*. L'essorage des bobines avant séchage est poussé jusqu'au voisinage de l'équilibre capillaro-centrifuge. Les paramètres principaux de l'essorage sont définis dans le Tableau 6.11.

Les essais de référence pour le séchage en configuration couplé (essais de TC1 jusqu'à TC5 Annexe D) et série (essais de TS1 jusqu'à TS6 Annexe D) ont été réalisés dans les conditions opératoires présentées dans le Tableau 6.12.

Produit	Matériau	Ruban Leacryl 3,3
	Masse de la bobine sèche (g)	1596
Essorage	Vitesse de rotation (tr/min)	2000
	Temps de rotation (s)	1200 + temps des MO
Quantité d'eau dans la bobine	W (%)	$10,0 \pm 0,3$
	Masse d'eau (g)	160 ± 5

Tableau 6.11 – Paramètres opératoires et caractéristique d'essorage des essais de référence pour les bobines textiles

Micro-ondes	Puissance incidente (W)	691 jusqu'à 832
	Puissance MO appliquée (W)	638 ± 39
	Densité de puissance (W/g_{eau})	$4,3 \pm 5,2$
	Temps d'application des MO (s)	150, 300, 450 et 600
Extraction de vapeur (Débit forcé)	Débit d'air d'entrée (m^3/h)	$50 \pm 2,5$
	T d'air d'entrée ($^{\circ}C$)	40 ± 2
	Hr d'air d'entrée (%)	$10 \pm 3,5$

Tableau 6.12 – Paramètres de séchage des essais de référence pour les bobines textiles

6.3.2.2 Influence de temps d'application des MO dans les essais de référence

En suivant la démarche mise en place pour les gâteaux de filtration, différents essais ont été menés dans des conditions identiques, en configuration série ou couplée, pour des temps de séchage croissants. De cette façon, il est possible de déterminer la cinétique de séchage à partir des mesures de teneur en eau obtenues en fin d'essai.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Évolution de la teneur en eau :

Sur la Figure 6.39, on a présenté l'évolution de la teneur en eau des bobines en configuration série et couplée.

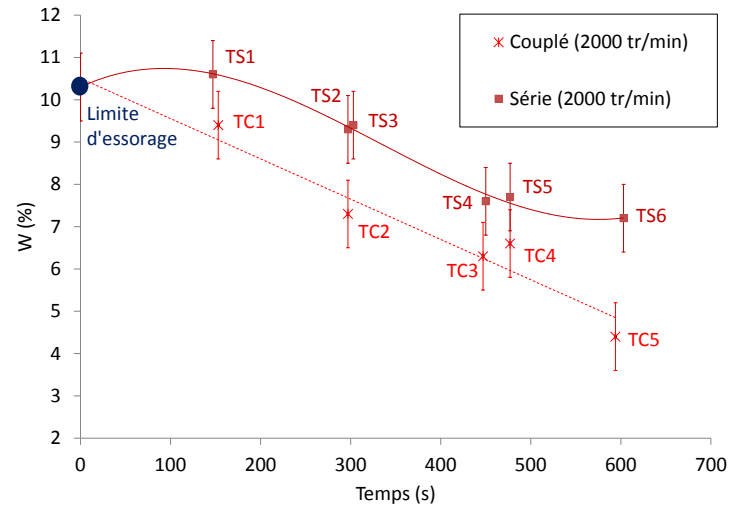


FIGURE 6.39 – Évolution de la teneur en eau pour les essais de référence textile en série et couplé

Dans le graphique (Figure 6.39), un écart entre l'évolution de la teneur en eau de la bobine dans un procédé en série et un procédé couplé est apparent.

Cet écart est lié aux conditions initiales du séchage pour lesquelles on observe, en configuration série, un palier de 150 s sans variation de teneur en eau. Par la suite, les cinétiques de séchage (flux masse évacué) sont équivalentes. Les courbes de teneur en eau divergent à nouveau pour un temps de séchage de 600 s. À ce stade, l'écart de teneur en eau entre les configurations série et couplée est supérieur à 3 %.

Un phénomène de synergie entre la déshydratation centrifuge et l'apport thermique par micro-ondes est donc ici mis en évidence, dans tous les essais, pour les différents temps d'application.

L'effet d'élévation de température sur l'essorage a été étudié plus haut (voir partie 5.5.3). On a pu observer des diminutions significatives de teneur en eau finale entre des bobines essorées à température ambiante et celles essorées à température plus élevée. On peut imaginer que les variations des propriétés physiques de l'eau avec la température (tension superficielle, vis-

cosité) sont à l'origine de cet effet. Cependant, la variation de la tension superficielle de l'eau avec la température entre $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ est peu importante (inférieure à 15 %) et la viscosité n'a, en théorie, qu'une influence sur la cinétique de l'essorage et pas sur la teneur en eau d'équilibre.

On remarque enfin que dans le cas du séchage des bobines textiles, le rééquilibrage capillaire entraîne le liquide vers de centre de la bobine, ce qui est défavorable pour le séchage.

Balayage de vapeur :

Nous avons constaté dans l'analyse du séchage des gâteaux de filtration, que les gâteaux séchés en configuration série et couplé ne perdent pas la même quantité d'eau entre la fin de l'essai et la mesure de la teneur en eau. Pour valider les résultats d'évolution de teneur en eau obtenus pour les bobines textiles, une analyse de la quantité d'eau extraite par le balayage d'air est présentée dans la suite (Figure 6.40).

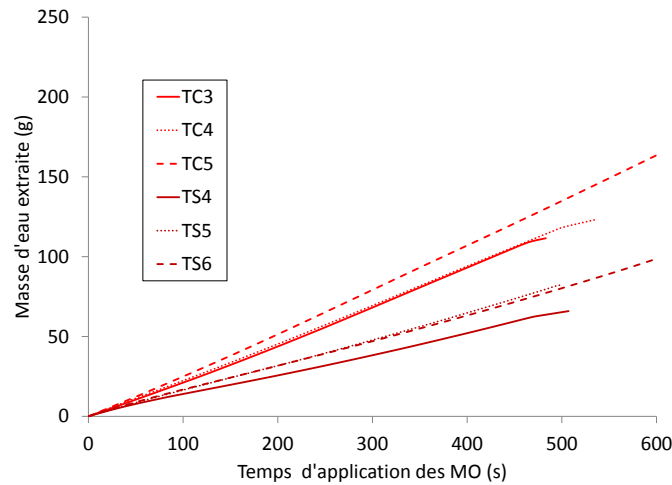


FIGURE 6.40 – Bilan de masse d'eau entre l'air entrant et sortant du carter pour les essais de référence textile

La Figure 6.40 montre que dans tous les essais couplés (TC3, TC4 et TC5), l'extraction d'eau par balayage est plus importante que dans les essais en série (TS4, TS5 et TS6), et que les écarts entre les deux procédés sont significatifs.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Pour le séchage des bobines textiles, les données de teneur en eau obtenues par pesée en fin d'essai donnent la même tendance que celles obtenues par bilan sur le flux d'air 6.13.

	Masse d'eau évacuée (g) (<i>mesure par pesée</i>)	Masse d'eau évacuée (g) (<i>mesure sur air extrait</i>)
TC3	62	109
TC4	59	117
TC5	92	159
TS4	42	62
TS5	41	80
TS6	49	98

Tableau 6.13 – Masse d'eau extraite des bobines, mesurée par pesée sur échantillon de gâteau et par mesures sur air extrait

Pour le séchage des bobines textiles, les données de teneur en eau obtenues par bilan sur le flux d'air évoluent comme celles obtenues par pesée en fin d'essai. Cependant, les écarts entre les valeurs obtenues par ces deux méthodes sont très importants. On peut penser que l'inertie des capteurs d'hygrométrie peut expliquer en grande partie ces écarts.

Consommation énergétique :

Les consommations spécifiques des configurations série et couplée sont présentées sur la Figure 6.41. Comme on pouvait le déduire de la détermination des teneurs en eau des gâteaux, on constate que la consommation spécifique en configuration couplée est nettement plus faible qu'en configuration série. Au début du séchage, en particulier, la consommation spécifique pour la configuration série est très élevée. Le rééquilibrage capillaire dont on a noté plus haut qu'il était, dans le cas du séchage de bobine textile, défavorable au séchage, peut expliquer cette surconsommation par le fait que l'effet des gradients de températures internes s'oppose aux effets capillaires et ralentit la migration d'eau en périphérie de bobine.

Ce phénomène est très marqué jusqu'à 150 s de temps d'application des micro-ondes.

On remarque aussi que les consommations spécifiques sont plus élevées que pour le séchage des gâteaux de filtration. Il faut noter que l'essorage des bobines textiles conduit à des taux d'humidité relativement faibles (teneur

en eau inférieure à 11 %), donc l'eau est plus liée au matériau à sécher et son extraction se fait à un coût énergétique plus élevé.

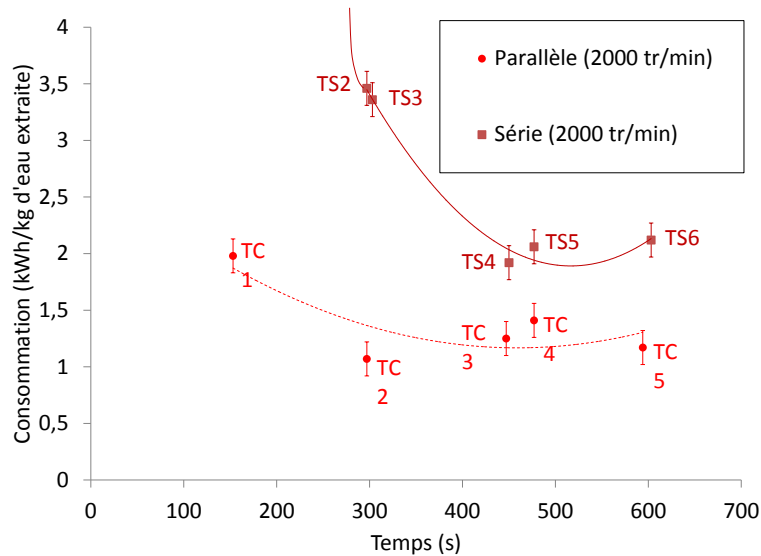


FIGURE 6.41 – Évolution de la consommation spécifique pour les essais de référence textile

6.3.2.3 Influence de la vitesse de rotation

Pour étudier l'influence de la vitesse de rotation sur le séchage, des essais ont été réalisés à une vitesse de 3000 *tr/min*. Les autres paramètres sont identiques à ceux utilisés pour les essais de référence et pour ce qui concerne l'essorage, ils sont regroupés dans le Tableau 6.14.

Les essais pour le séchage assisté par effet centrifuge dans la configuration couplé (essais de TC6 jusqu'à TC7 annexe D) et série (essais de TS7 jusqu'à TS9 annexe D) ont été réalisés dans les conditions opératoires présentées dans le tableau (Tableau 6.15).

Évolution de la teneur en eau :

L'évolution de la teneur en eau mesurée en fin de chaque essai, obtenue à 3000 *tr/min*, est comparée aux résultats des essais de référence (pour lesquels une vitesse de 2000 *tr/min* a été utilisée) sur la Figure 6.42.

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Produit	Matériau	Ruban Leacryl 3,3
	Masse de la bobine sèche (g)	1596
Essorage	Vitesse de rotation (tr/min)	3000
	Temps de rotation (s)	1200 + temps des MO
Quantité d'eau dans la bobine	W (%)	$8,0 \pm 0,3$
	Masse d'eau (g)	128 ± 5

Tableau 6.14 – Paramètres opératoires et caractéristiques d'essorage pour le séchage des bobines textiles à $3000\ t/min$

Micro-ondes	Puissance incidente (W)	790
	Puissance MO appliquée (W)	676 ± 10
	Densité de puissance (W/g_{eau})	6,3
	Temps d'application des MO (s)	150, 300 et 450
Extraction de vapeur (Débit forcé)	Débit d'air d'entrée (m^3/h)	$50 \pm 2,5$
	T d'air d'entrée ($^{\circ}C$)	40 ± 2
	Hr d'air d'entrée (%)	$10 \pm 3,5$

Tableau 6.15 – Les paramètres de séchage du groupe des essais de référence

On peut observer qu'à $3000\ tr/min$, comme dans le cas des essais de référence (à $2000\ tr/min$), le procédé couplé présente une énergie spécifique consommée plus faible que le procédé série. Cependant, comme le nombre d'essais réalisés à $3000\ tr/min$ est plus faible que les nombre d'essais de référence, le phénomène de plateau initial n'est pas observable.

On remarque aussi que l'écart entre les courbes « série » et « couplée » est plus faible que pour les essais de référence. Cela peut s'expliquer par les teneurs en eau très faibles en fin d'essorage à $3000\ tr/min$.

Il semble, par ailleurs, que la cinétique de séchage pour la configuration couplé soit légèrement plus rapide qu'en configuration série.

6.3. SÉCHAGE MICRO-ONDES

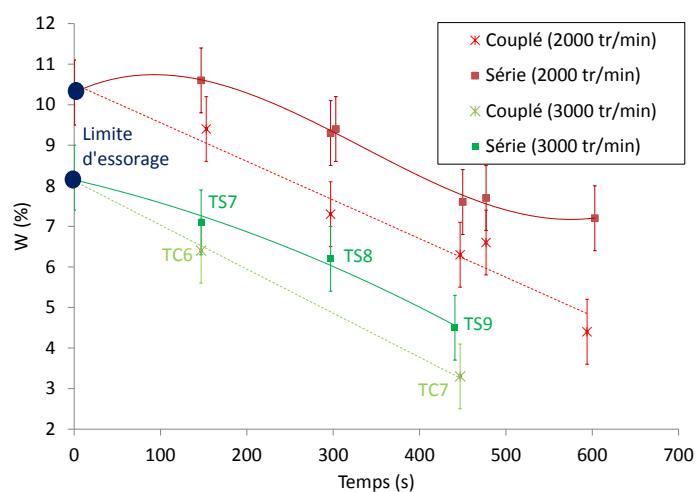


FIGURE 6.42 – Évolution de la teneur en eau pour les essais textile à 2000 *tr/min* et 3000 *tr/min* en série et couplé

Consommation énergétique :

L'évolution de la consommation spécifique est montrée sur la Figure 6.43.

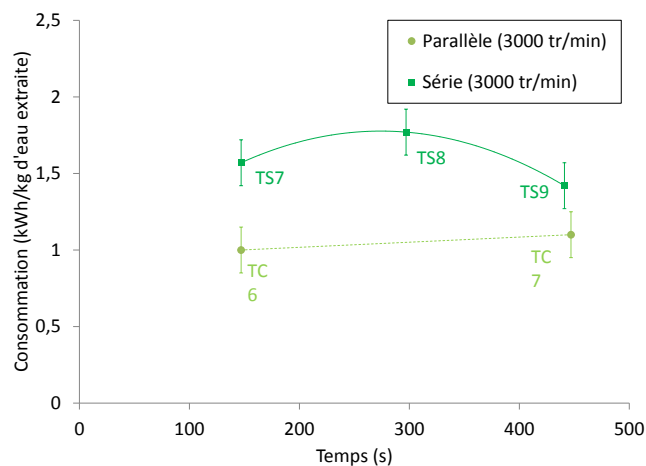


FIGURE 6.43 – Évolution de la consommation spécifique pour les essais sur bobines textiles à 3000 *tr/min*

6. ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

On remarque que la consommation spécifique pour la configuration couplée est plus faible qu'en série, d'une part, mais si, d'autre part, on se reporte au graphe de la Figure 6.41, on constate que les consommations spécifiques de séchage sont plus faibles lorsque l'essorage a été réalisé à 3000 tr/min . On peut supposer que la densité de puissance plus élevée appliquée au produit à 3000 tr/min est à l'origine de ces consommations d'énergie plus basse.

Chapitre 7

Conclusions, perspectives et extrapolation à l'échelle industrielle

Dans ce travail, on s'est intéressé au développement d'un procédé hybride de déshydratation combinant un effet mécanique et un effet thermique.

L'objectif du projet était de montrer l'intérêt énergétique du couplage de l'effet centrifuge produit dans uneessoreuse et d'un effet thermique généré par le chauffage diélectrique du produit.

L'intérêt d'une telle combinaison addition plusieurs points :

1. la quantité de liquide « mobilisable » mécaniquement en fin d'essorage n'est pas négligeable. Ce liquide, principalement localisé dans le pied capillaire doit pouvoir être évacué à un coût énergétique faible,
2. la distribution du liquide en fin d'essorage est favorable à l'utilisation d'une technique de chauffage diélectrique pour laquelle la chaleur est dissipée à cœur et dans les zones les plus saturées,
3. l'abaissement de la pression liquide dans le gâteau sous l'action conjointe des forces centrifuge et capillaires peut conduire à une vaporisation du liquide en ne fournissant au système qu'une quantité limitée d'énergie thermique.

Compte-tenu de la complexité des phénomènes mis en jeu, une approche purement de modélisation n'était pas envisageable et le développement d'un pilote a été entrepris.

Reprenant les travaux de B. Léger, uneessoreuse de taille semi-industrielle a été considérablement modifiée pour permettre de conduire essorage et sé-

7. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

chage micro-ondes, conjointement.

Le développement d'un tel outil réclame un effort conséquent de conception et de réalisation qui n'aurait pas été possible sans l'appui de l'IFTS.

Après avoir recensé l'ensemble des contraintes auxquelles devait répondre le pilote, les solutions techniques ont été recherchées et mises en œuvre.

La plupart des solutions concernant l'adaptation de la machine aux micro-ondes ont été obtenues grâce à une collaboration étroite avec le CETIAT et Rousselet.

Enfin, l'instrumentation du pilote a réclamé les compétences disponibles au département TREFLE de l'I2M.

L'aboutissement du dispositif expérimental doit donc beaucoup aux différentes collaborations établies en amont et au cours du projet et dont certaines ont été initiées à l'occasion des séminaires organisés par l'ADEME et TOTAL.

Il n'en reste pas moins que, comme dans tout travail expérimental, les obstacles à surmonter ont été nombreux et ont réclamé un travail souvent ingrat, difficilement retranscriptible dans un manuscrit de thèse.

Le développement et la mise au point du pilote ont donc largement débordés le temps qui leur était initialement imparti.

Les essais sur les deux familles de produit retenues ont de ce fait été réalisés sur une période de temps réduite.

Ils ont néanmoins pu montrer que :

- le séchage combiné de gâteaux de filtration n'apportait pas d'amélioration par rapport à une configuration série,
- pour les bobines textiles, la combinaison des effets donne des résultats concluants du point de vue énergétique et laisse entrevoir des perspectives intéressantes pour ce type de technique.

L'analyse des mécanismes physiques mis en jeu a utilisé des résultats de simulation pour tenter de comprendre les phénomènes entravant l'effet bénéfique de la combinaison pour les gâteaux de filtration.

On a ainsi pu montrer que le panier d'essorage utilisé pour former les gâteaux de filtration conduisait à une forte réduction du champ électrique à proximité des parois métallique, induisant, de fait, un faible échauffement de la zone du gâteau la plus humide.

D'autre part, la surface principale d'échange de vapeur entre le gâteau et le flux d'air étant, dans ce cas, la surface du gâteau, l'effet centrifuge tend à confiner le liquide du côté opposé à cette surface, bloquant ainsi l'intérêt de la combinaison.

Pour les bobines textiles, en revanche, la configuration du système fait que le liquide est entraînée par la force centrifuge vers une zone (surface

externe de la bobine) où le champ n'est pas atténué (du fait de la conception spécifique du panier) et au niveau de laquelle le transfert de vapeur vers l'écoulement d'air est intense.

L'étude autour de la conception d'un panier transparent aux micro-ondes et adapté à la formation de gâteau a été abordée mais a échoué sur la définition d'un matériau qui puisse allier les propriétés mécaniques et diélectriques souhaitées.

En parallèle des développements expérimentaux, un travail de modélisation a été initié dans le but de comprendre le plus finement possibles les mécanismes physiques d'importance pour la combinaison étudiée.

L'essorage, en particulier, a reçu une attention particulière. Le modèle d'essorage développé par B. Léger a été confronté aux résultats expérimentaux de cinétique d'essorage. La détermination expérimentale des cinétiques d'essorage n'est pas simple à obtenir, mais les données récoltées ont permis de conclure quant à la validité du modèle. Cette validation a nécessité l'extension du travail de B. Léger permettant la détermination de l'ensemble des paramètres de l'essorage du modèle à partir des données d'un essai.

La méthodologie ainsi développée représente un intérêt pour faciliter le travail de dimensionnement et d'optimisation d'un cycle d'essorage.

D'autre part, les simulations numériques réalisées sur l'écoulement d'air et la détermination du champ électromagnétique dans la machine montrent que la simulation complète du procédé n'est pas inaccessible. Cependant, la prise en compte des phénomènes spécifiques liés au séchage haute température nécessite, à notre point de vue, encore un effort de modélisation.

Parmi les perspectives qui se dégagent de ce travail, on pourra retenir les principaux points suivants :

- l'étude expérimentale doit être poursuivie pour mieux comprendre l'influence, lors du séchage, de la densité de puissance micro-ondes appliquée au produit, en utilisant un générateur de puissance plus élevée,
- de même la compréhension de l'effet de l'apport micro-ondes en fonction de la distribution d'eau dans le gâteau, qui évolue en cours d'essorage doit être abordée plus en détails,
- l'étude des suspensions industrielles (spath et PVC) qui a été ébauchée au cours de ce travail doit être achevée pour pouvoir des conclusions plus générales quant à l'intérêt de la combinaison étudiée,
- l'effort de modélisation doit être poursuivi pour décrire l'ensemble du procédé. Pour cela, un modèle de séchage doit être implémenté dans le modèle existant. Un tel modèle permettrait d'étudier l'influence d'un certain nombre de paramètres difficilement modifiables expérimentale-

7. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

ment,

- la transformation du pilote pour utiliser les radio fréquences (HF) constituerait une avancée indispensable pour évaluer le potentiel de la combinaison essorage/séchage par chauffage diélectrique. En effet, avec la technologie HF , les difficultés rencontrées avec les gâteaux de filtration seraient contournées et le mode de chauffage du produit serait plus efficace.

Annexe A

Spath

Dans cette annexe les informations sur la caractérisation des poudres des gâteaux de filtration formés avec le Spath vont être présentées.

A.1 Caractérisation du produit utilisé

Les paramètres pour la caractérisation du Spath sont regroupés dans cette section, les mesures et les calculs faits sont analogues à ceux réalisés dans le Chapitre 5.2.

A.1.1 Masse volumique

La masse volumique réelle du fluorure de calcium est : (Tableau A.1).

ρ_s (kg/m^3)	3007
-----------------------	------

Tableau A.1 – Masse volumique du Spath

La masse volumique apparente n’a pas été mesurée.

A.1.2 Répartition granulométrique

Les résultats de l’analyse granulométrique sans l’utilisation des ultrasons lors de la dispersion sont : (Tableau A.2).

Les résultats de l’analyse granulométrique avec l’utilisation des ultrasons pendant 60s lors de la dispersion sont : (Tableau A.3).

Produit	$d_{10\%}(\mu m)$	$d_{50\%}(\mu m)$	$d_{90\%}(\mu m)$
Spath	3,86	13,68	33,72

Tableau A.2 – Analyse granulométrique du Spath sans US

Produit	$d_{10\%}(\mu m)$	$d_{50\%}(\mu m)$	$d_{90\%}(\mu m)$
Spath	2,26	8,56	20,89

Tableau A.3 – Analyse granulométrique du Spath avec US

A.1.3 Décantation et sédimentation

Les résultats des vitesses de sédimentation sont : (Tableau A.4).

Concentration (kg/l)	0,044	0,10	0,24
V décantation (mm/min)	5,8	3,8	0,5
V décantation (m/h)	0,35	0,23	0,03

Tableau A.4 – Vitesse de décantation pour le Spath

A.2 Filtration frontale

Les résultats de la caractérisation du gâteau en filtration frontale de Spath sont présentés ci-dessous.

A.2.1 Porosité

Les résultats des porosités sont : (Tableau A.5).

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)					
	1	2	3	4	5	6
0,044	0,74	0,73	0,70	0,71	0,68	0,70
0,10	0,74	0,72	0,71	0,70	0,70	0,69
0,24	0,71	0,73	0,71	0,70	0,69	0,69

Tableau A.5 – Porosité du gâteau de Spath pour différents concentrations et pressions

A.2.2 Perméabilité

Les résultats des perméabilités sont : (Tableau A.6).

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)		
	1	2	3
0,044	$2,24E - 14$	$1,09E - 14$	$8,56E - 15$
0,10	$1,93E - 14$	$1,34E - 14$	$9,37E - 15$
0,24	$1,19E - 14$	$1,24E - 14$	$9,88E - 15$

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (bar)		
	4	5	6
0,044	$7,25E - 15$	$5,87E - 15$	$5,35E - 15$
0,10	$8,49E - 15$	$7,03E - 15$	$6,13E - 15$
0,24	$7,86E - 15$	$7,28E - 15$	$5,97E - 15$

Tableau A.6 – Perméabilité du gâteau de Spath (m^2)

A.2.3 Indice de compressibilité

Le résultat de l'indice de compressibilité n est : (Tableau A.7).

n	0,57
---	------

Tableau A.7 – Indice de compressibilité n pour le Spath (—)

Le Spath est classé entre faiblement et modérément compressible.

A.2.4 Détermination des MES

Les résultats des MES sont : (Tableau A.8).

Les résultats des pertes sont : (Tableau A.9).

A.3 Images du microscope

Les photos et tailles des particules obtenus avec le microscope sont : (Figura A.1), (Figura A.2) et (Figura A.3).

ANNEXE A.

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (<i>bar</i>)					
	1	2	3	4	5	6
0,044	0,10	0,09	0,14	0,03	-	0,20
0,10	0,44	0,65	0,58	0,57	0,58	0,42
0,24	1,51	1,38	1,85	1,6	1,47	1,55

Tableau A.8 – Les MES ($g/kg_{filtrat}$) du Spath à différents concentrations et pressions

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (<i>bar</i>)					
	1	2	3	4	5	6
0,044	0,21	0,19	0,33	0,08	-	0,45
0,10	0,52	0,72	0,60	0,60	0,61	0,47
0,24	0,78	0,67	0,93	0,80	0,72	0,78

Tableau A.9 – Les pertes (%) du Spath à différents concentrations et pressions

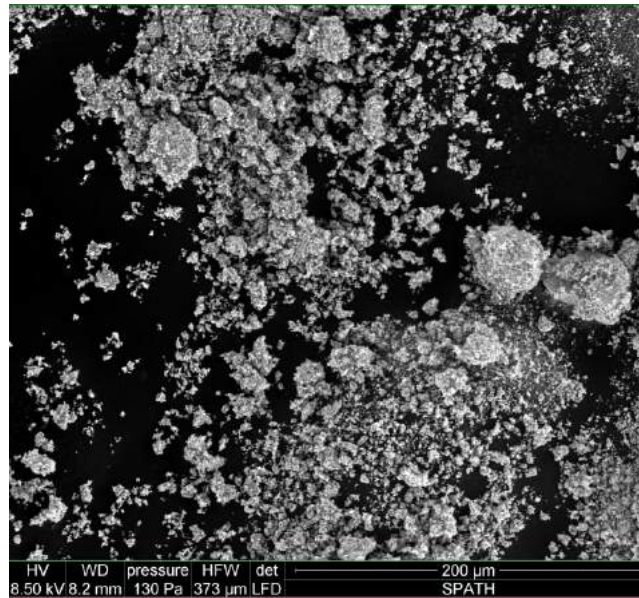


FIGURE A.1 – Photo et taille des particules de Spath avec microscope, échelle 200 μm

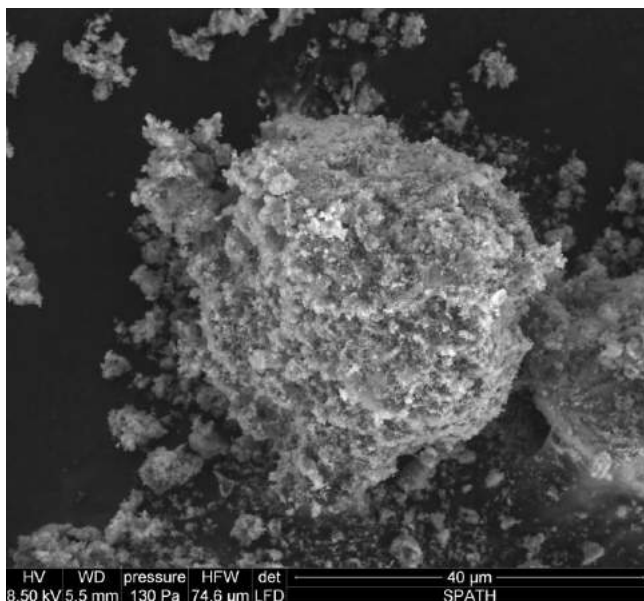


FIGURE A.2 – Photo de la particule de Spath avec microscope, échelle 40 μm

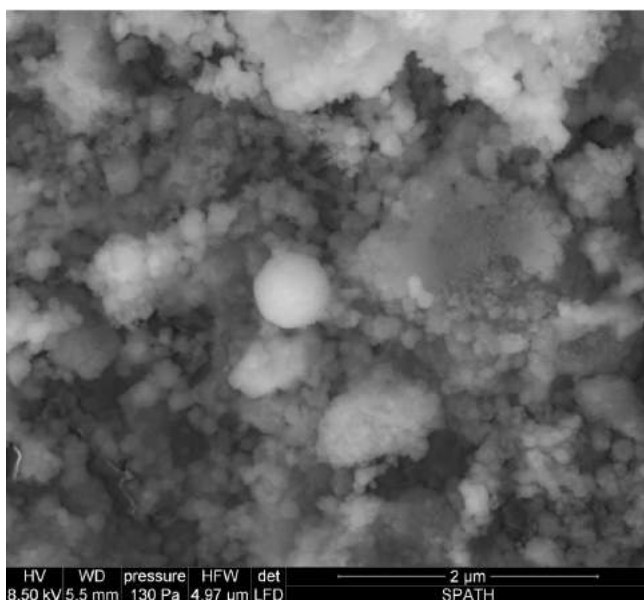


FIGURE A.3 – Photo de la particule de Spath avec microscope, échelle 2 μm

Annexe B

PVC

Dans cet annexe les informations sur la caractérisation des poudres des gâteaux de filtration formés avec le PVC vont être présentés.

B.1 Caractérisation du produit utilisé

Les paramètres pour la caractérisation du PVC sont regroupés dans cette section, les mesures et les calculs réalisés sont analogues à ceux du Chapitre 5.2.

B.1.1 Masse volumique

La masse volumique réel du PVC est : (Tableau B.1).

ρ_s (kg/m^3)	1418
-----------------------	------

Tableau B.1 – Masse volumique du Spath

La masse volumique apparente n'a pas été mesuré.

B.1.2 Répartition granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique sans l'utilisation des ultrasons lors de la dispersion sont : (Tableau B.2).

Les résultats de l'analyse granulométrique avec l'utilisation des ultrasons pendant 60s lors de la dispersion sont : (Tableau B.3).

Produit	$d_{10\%}(\mu m)$	$d_{50\%}(\mu m)$	$d_{90\%}(\mu m)$
PVC	1,05	10,47	35,31

Tableau B.2 – Analyse granulométrique du PVC sans US

Produit	$d_{10\%}(\mu m)$	$d_{50\%}(\mu m)$	$d_{90\%}(\mu m)$
PVC	0,89	3,79	21,79

Tableau B.3 – Analyse granulométrique du PVC avec US

B.1.3 Décantation et sédimentation

Les résultats des vitesses de sédimentation sont : (Tableau B.4).

Temps (min)	C (g/kg)	Vitesse (m/h)	Vitesse (mm/min)
102	55,3	9,1E-2	1,5
116	51,2	8,0E-2	1,3
132	48,4	7,0E-2	1,2
167	44,7	5,5E-2	0,9
272	52,2	3,4E-2	0,6
324	26,7	2,9E-2	0,5
1380	22,1	6,7E-3	0,1

Tableau B.4 – Vitesse de décantation pour le PVC

On peut dire que la vitesse de décantation est négligeable.

B.2 Filtration frontale

Les résultats de la caractérisation du gâteau de filtration frontale de PVC sont présentés ci-après.

B.2.1 Porosité

Les résultats des porosités sont : (Tableau B.5).

B.2.2 Perméabilité

Les résultats des perméabilités sont : (Tableau B.6).

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (<i>bar</i>)					
	1	2	3	4	5	6
0,10	0,34	0,56	0,50	0,61	0,49	0,48
0,24	0,46	0,47	0,39	0,44	0,40	0,48

Tableau B.5 – Porosité du gâteau de PVC pour différents concentrations et pressions

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (<i>bar</i>)		
	1	2	3
0,10	$2,64E - 15$	$3,04E - 15$	$2,56E - 15$
0,24	$2,16E - 15$	$1,96E - 15$	$1,89E - 15$

C ($\frac{kg}{l}$)	Pression (<i>bar</i>)		
	4	5	6
0,10	$2,89E - 15$	$2,48E - 15$	$2,32E - 15$
0,24	$1,66E - 15$	$1,49E - 15$	$1,81E - 15$

Tableau B.6 – Perméabilité du gâteau de PVC (m^2)

B.2.3 Indice de compressibilité

Le résultat de l'indice de compressibilité n est : (Tableau B.7).

n	0,22
---	------

Tableau B.7 – Indice de compressibilité n pour le PVC (–)

Le Spath est classé comme faiblement compressible.

B.2.4 Détermination des MES

Les résultats des MES sont : (Tableau B.8).

Les résultats des pertes sont : (Tableau B.9).

B.3 Images du microscope

Les photos et tailles des particules obtenus avec le microscope sont : (Figura B.1), (Figura B.2) et (Figura B.3).

ANNEXE B.

C ($\frac{kg}{t}$)	Pression (<i>bar</i>)					
	1	2	3	4	5	6
0,10	0,02	0,03	0,05	0,05	0,04	0,05
0,24	-	0,02	0,02	0,03	0,09	0,05

Tableau B.8 – Les MES ($g/kg_{filtrat}$) du PVC à différents concentrations et pressions

C ($\frac{kg}{t}$)	Pression (<i>bar</i>)					
	1	2	3	4	5	6
0,10	0,02	0,03	0,06	0,06	0,05	0,06
0,24	-	0,01	0,01	0,01	0,05	0,02

Tableau B.9 – Les pertes (%) du PVC à différents concentrations et pressions

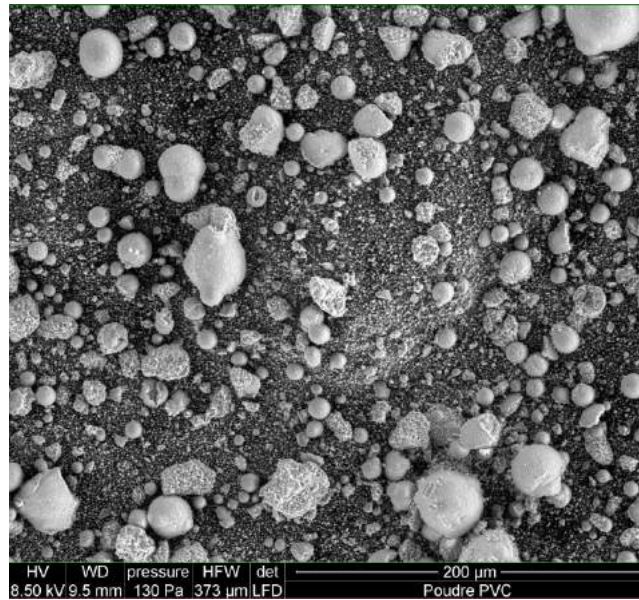


FIGURE B.1 – Photo et taille des particules de PVC avec microscope, échelle 200 μm

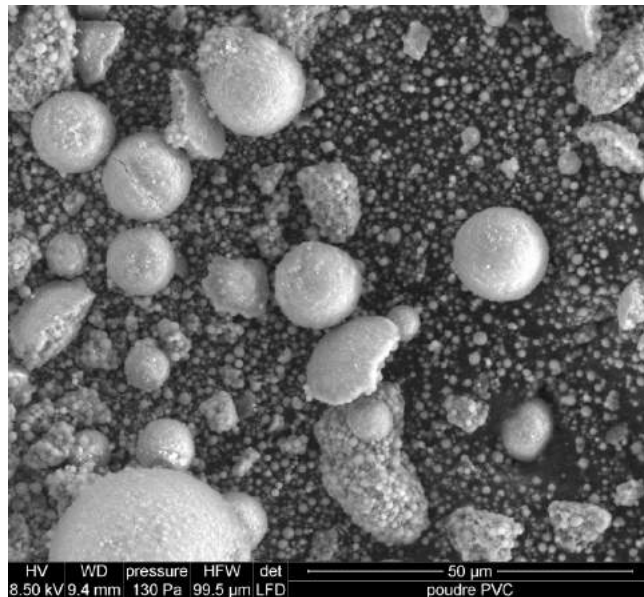


FIGURE B.2 – Photo et taille des particules de PVC avec microscope, échelle $40\ \mu m$

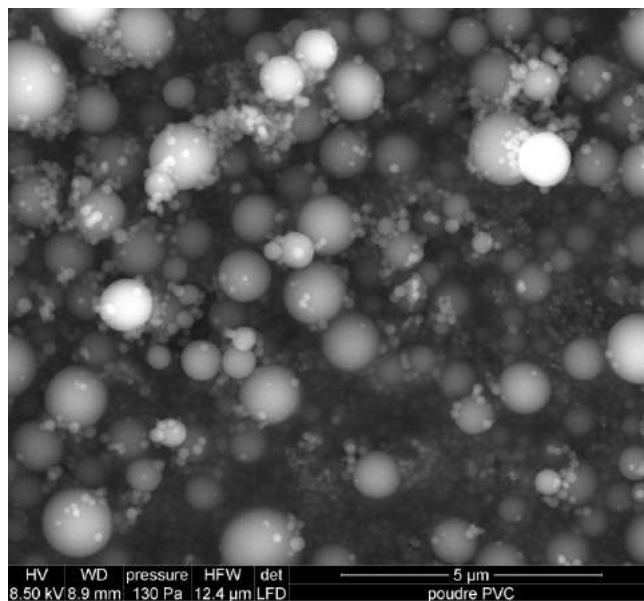


FIGURE B.3 – Photo et taille des particules de PVC avec microscope, échelle $2\ \mu m$

Annexe C

Protocoles opératoires

Les protocoles opératoires des différents dispositifs expérimentaux utilisés au cours du travail de thèse sont expliqués dans cette annexe.

C.1 Banc de filtration frontale

Cette section regroupe l'ensemble des instructions relatives à la conduite d'essais sur le banc de filtration 9044.

C.1.1 Domaine d'application

Le banc de filtration permet de réaliser :

- des filtrations sous pression (constitution de gâteaux),
- des traitements de gâteaux : lavage ou déshydratation (perméation ou compression).

Ces essais peuvent être mis en œuvre avec des pressions de 0 à 30 bars et des températures de $20^{\circ}C$ à $120^{\circ}C$.

L'appareillage s'adresse à tous les types de suspensions afin de les clarifier (pour les suspensions diluées) ou pour extraire les solides (avec des suspensions plus chargées). De plus, tous les types de média filtrant peuvent être installés quelque soit leur épaisseur (toiles, plaques, non tissées, feutres, précouche d'adjuvant, membrane).

Les essais de filtrations en profondeur (filtre à sable) ou les filtrations tangentielles sont les seules restrictions de l'appareillage, ainsi que la compatibilité de la suspension avec les matériaux constituant le banc.

Le mode opératoire pour les différents types d'essais faisables sur le banc 9040 vont être décrits.

C.1.2 Mode opératoire de la filtration avec piston

Le mode opératoire de la filtration avec piston va être présenté.

C.1.2.1 Préparation de la cellule

Situation : la cellule est entièrement ouverte avec les deux vannes (purge piston et sortie filtrat) ouvertes et le piston entièrement remonté.

Remarque : faire très attention au capteur de pression, qui est situé sous le piston.

Procédure :

1. mettre l'appareil sous tension (30min minimum avant l'essai),
2. découper la toile grâce à l'emporte pièce de 80mm de diamètre,
3. enlever le joint d'étanchéité du support drainant ,
4. retirer le support drainant ainsi que son système d'étanchéité à l'aide la pince à fond de cellule,
5. placer la cale sous le support du média filtrant de sorte que la cale et la toile filtrante aient une épaisseur totale minimale de 3,5mm,
6. remettre en place le support drainant, son système d'étanchéité et le joint,
7. placer le média filtrant sur son support en l'humidifiant (faire attention à bien centrer la toile et à mettre le coté le plus lisse vers le haut),
8. joindre la partie basse de la cellule et le réservoir manuellement (en prenant soin de ne pas déplacer la toile de filtration) et les fixer à l'aide des clamps et de leur dispositif de serrage.

C.1.2.2 Calibrage

Remarque : afin de s'assurer que les balances sont correctement connectées, il est nécessaire d'effectuer un essai à vide sur chacune d'entre elles.

Remarque : si la réalisation de plusieurs essais se chevauchant temporellement est souhaité, il est nécessaire effectuer la calibration des hauteurs en même temps avant de lancer les essais. En effet, il n'est pas possible de calibrer une cellule lorsqu'un essai est en cours.

Procédure :

1. s'assurer que les deux joints soient bien en place,
2. emboîter les deux compartiments en appuyant doucement sur la pédale correspondant à notre cellule et en les fixant à l'aide des clamps et de leur dispositif de serrage,

3. relâcher doucement la pédale,
4. faire descendre le piston jusqu'au contact avec la toile, sans oublier d'augmenter la pression hydraulique à l'aide du détendeur de réglage,
5. appuyer sur le bouton "cal-reset" sur l'afficheur de la hauteur du piston afin de le remettre à zéro,
6. lancer le logiciel : CFC,
7. faire remonter le piston à sa position d'origine en appuyant sur le bouton poussoir,
8. démarrer l'acquisition des hauteurs.

C.1.2.3 Essai

Procédure :

1. ouvrir la cellule en séparant la partie haute de la cellule du réservoir en appuyant doucement sur la pédale et en retirant le dispositif de serrage ainsi que les clamps,
2. relâcher doucement la pédale,
3. fermer la vanne de sortie du filtrat,
4. peser la suspension à traiter et son contenant (tare),
5. mettre la suspension dans la partie réservoir,
6. peser le contenant de la suspension (la masse est directement lit sur la balance et reporte sur le cahier d'essai de filtration),
7. découper deux feutres au diamètre des capteurs (14mm),
8. placer les feutres humides sur le capteur et la bille de purge,
9. refermer la cellule par association de la partie haute et du réservoir, en appuyant sur la pédale correspondant à la cellule utilisée, à l'aide des clamps et du dispositif de serrage,
10. relâcher doucement la pédale,
11. mettre un bûcher de volume suffisamment important pour contenir le filtrat sous la sortie du filtrat,
12. placer un bûcher sous la purge piston,
13. régler une faible pression hydraulique (environ 8bar),
14. faire descendre doucement le piston jusqu'au contact avec la suspension (le contact est caractérisé par une augmentation de la pression dans la cellule ; essayer de ne pas dépasser 7 bars),

15. fermer la purge piston,
16. faire un préréglage de la pression à l'aide du détendeur de réglage de la pression hydraulique (un tableau donne la correspondance entre la pression interne de la cellule et la pression hydraulique appliquée au piston), se régler au-dessous de cette valeur par sécurité,
17. noter le numéro de fichier sur le cahier d'essai de filtration,
18. on déclenche l'essai en mettant simultanément la vanne de sortie du filtrat,
19. affiner la pression de la cellule à l'aide du détendeur de la pression hydraulique.

C.1.2.4 Arrêt

Un essai est considéré terminé lorsque la variation de masse de filtrat récupérée est constante au cours du temps ou que le temps ou la masse de filtrat recueillie est atteint.

Remarques : si le gâteau ne se décolle pas facilement, faire descendre le piston afin de pouvoir passer délicatement une spatule entre le gâteau et le piston en faisant très attention aux capteurs.

Procédure :

1. fermer la vanne de sortie du filtrat,
2. purger la cellule,
3. lire la masse de filtrat, la hauteur du gâteau et reporter ces valeurs sur le cahier d'essai,
4. nommer un flacon et y intégrer le filtrat,
5. ouvrir la purge du piston,
6. annoter et peser une capsule en aluminium vide pouvant contenir le gâteau ; reporter la valeur dans le cahier d'essai,
7. séparer la partie basse de la cellule et le réservoir,
8. récupérer le gâteau et la toile filtrante sans les mettre dans la capsule,
9. prendre une photo du gâteau et du filtrat,
10. mesurer la hauteur du gâteau à l'aide d'un réglet, prendre une photo et reporter la valeur sur le cahier d'essai de filtration,
11. mettre le gâteau dans la capsule sans le média filtrant,
12. peser la capsule et le gâteau humide et reporter la valeur dans le cahier d'essai de filtration,

13. mettre la capsule à l'étuve à $105^{\circ}C$ pour la détermination de la siccité,
14. remonter le piston entièrement,
15. mettre à zéro la pression hydraulique à l'aide du détendeur,
16. mettre le commutateur de choix de la vitesse de descente du piston sur 0,
17. ouvrir le dossier « Essais filtration »,
18. copier et coller les fichiers dans le dossier de l'affaire correspondant.

C.1.3 Mode opératoire de la filtration sous air

Le mode opératoire de la filtration sous air va être présenté.

C.1.3.1 Préparation de la cellule

Situation : la cellule est entièrement ouverte avec les deux vannes (purge piston et sortie filtrat) ouvertes et le piston entièrement remonté.

Procédure :

1. mettre l'appareil sous tension ($30min$ minimum avant l'essai),
2. découper la toile grâce à l'emporte pièce de $80mm$ de diamètre,
3. enlever le joint d'étanchéité du support drainant,
4. retirer le support drainant ainsi son système d'étanchéité à l'aide de la pince à fond de cellule,
5. placer la cale sous le support du média filtrant de sorte que la cale et la toile filtrante aient une épaisseur totale minimale de $3,5mm$,
6. remettre en place le support drainant, son système d'étanchéité et le joint,
7. placer le média filtrant sur son support en l'humidifiant (faire attention à bien centrer la toile et à mettre le côté le plus lisse vers le haut),
8. joindre la partie basse de la cellule et le réservoir manuellement (en prenant soin de ne pas déplacer la toile de filtration) et les fixer à l'aide des clamps et de leur dispositif de serrage.

C.1.3.2 Essai

Procédure :

1. peser la suspension à traiter et son contenant (tare),
2. fermer la vanne de sortie du filtrat,

3. mettre la suspension dans la partie Réservoir,
4. peser le contenant de la suspension (on lit directement sur la balance la masse de la suspension introduite qui est reportée sur le cahier d'essai de filtration),
5. refermer entièrement la cellule, en appuyant sur la pédale correspondant à la cellule utilisée, à l'aide des clamps et du dispositif de serrage,
6. relâcher doucement la pédale,
7. mettre un bêcher de volume suffisamment important pour contenir le filtrat sous la sortie du filtrat,
8. fermer la purge piston,
9. basculer le commutateur sur la gamme de pression voulue,
10. régler la pression à l'aide du détendeur approprié,
11. lancer le logiciel,
12. noter le numéro de fichier sur le cahier d'essai de filtration,
13. déclencher l'essai en mettant simultanément le commutateur de mise sous air de la cellule et en ouvrant la vanne de sortie du filtrat.

C.1.3.3 Arrêt

Un essai est considéré terminé lorsque la masse de filtrat produit atteint une valeur précisée au préalable, quand il y a soufflage (passage d'air à travers le gâteau) ou juste avant ce phénomène.

Procédure :

1. fermer la vanne de filtrat,
2. arrêter le logiciel,
3. basculer le commutateur de mise sous air de la cellule sur 0,
4. purger la cellule avec le commutateur,
5. relever la masse de filtrat sur le cahier d'essai de filtration,
6. nommer un flacon et y mettre le filtrat,
7. annoter et peser une coupelle en aluminium vide,
8. séparer le réservoir et le bas de la cellule, en appuyant sur la pédale correspondant à la cellule utilisée, à l'aide du dispositif de serrage et des clamps,
9. récupérer le gâteau et la toile filtrante sans les mettre dans la capsule,
10. prendre une photo du gâteau et du filtrat,

11. mesurer au réglelet la hauteur du gâteau, prendre une photo et la reporter sur le dossier « Essais filtration »,
12. mettre le gâteau dans la capsule sans le média filtrant,
13. peser la capsule et le gâteau humide et reporter la valeur dans le cahier d'essai de filtration,
14. mettre la coupelle à l'étuve à $105^{\circ}C$ pour la détermination de la siccité,
15. ouvrir le dossier « Essais filtration »,
16. copier et coller les fichiers dans le dossier de l'affaire.

C.2 Dispositif de décantation & sédimentation

Cette section regroupe l'ensemble des instructions relatives à la conduite d'essais de décantation statique utilisant une colonne de filtration en vue de la détermination de l'aptitude à l'épaississement et de la vitesse de sédimentation.

C.2.1 Matériels utilisés

Colonne de décantation en plexiglas (ETU 067) : une colonne en plexiglas en 2 parties équipées de brides en inox :

- partie basse : hauteur = $1205mm$, volume = $7,7l$,
- partie haute : hauteur = $1003mm$, volume = $6,4l$,
- 12 vannes de prélèvements, numérotées de 1 à 12 du haut vers le bas, espacées entre elles de $200mm$, la dernière étant positionnée à 100 mm du point bas de la colonne,
- diamètre interne : $90m$,
- volume sous le point 0 : $40ml$.

Réacteur en verre :

- volume : $20l$,
- double enveloppe $90^{\circ}C$ max.

Système d'agitation du réacteur en verre :

- pales : diverses et multiples.

Pompe à vide et piège à vide

C.2.2 Mode opératoire

Le mode opératoire de la décantation & sédimentation va être présenté.

C.2.2.1 Mise en place du matériel

Procédure :

1. placer la suspension dans le réacteur en verre (ou tout autre contenant), mettre l'agitateur en marche en réglant sa vitesse de manière à assurer une bonne homogénéisation,
2. vérifier que toutes les vannes de prélèvements sont bien fermées,
3. vérifier que la vanne de vidange de la colonne est fermée et que le flexible de remplissage est bien connecté à cette vanne de vidange de la colonne,
4. connecter la pompe à vide au piège et ce dernier à la tête de la colonne de décantation,
5. vérifier que le vide se fait correctement dans la colonne (pour cela, mettre la pompe en route puis boucher avec un doigt la vanne d'évent et constater l'aspiration).

C.2.2.2 Essai

Remarque : l'ouverture des vannes peut provoquer une perturbation de l'interface, procéder doucement.

Procédure :

1. ouvrir la vanne de vidange de la colonne,
2. mettre la pompe à vide en marche,
3. plonger le flexible dans la suspension (attention : l'agitation dans le réacteur est toujours en marche),
4. laisser monter la suspension dans la colonne jusqu'au niveau souhaité puis fermer la vanne de vidange de la colonne (cette phase ne doit pas excéder 30 s),
5. ouvrir brièvement la vanne la plus basse, ou la vanne de vidange, pour provoquer l'entrée d'une ou plusieurs bulles d'air dont le passage et la remontée dans la colonne vont assurer l'homogénéisation de la suspension,
6. dès que ces bulles ont atteint la surface :
 - déclencher le chronomètre,
 - arrêter la pompe à vide,
 - remettre la colonne à la pression atmosphérique en ouvrant la vanne dé évent en tête de la colonne

- noter la hauteur initiale dans la colonne (en mesurant à partir du point de mesure de la hauteur),
- 7. au cours du temps (fréquence en fonction de la vitesse de sédimentation de la suspension (observations habituelles sur 120 min : 1', 2', 3', 5', 10', 15', 30', 45', 60', 90', 120' et plus si nécessaire), selon les cas :
 - décantation piston :
 - noter la hauteur du (ou des) front(s) de sédimentation (en mesurant depuis le point de mesure identifié sur la colonne),
 - décantation diffuse :
 - effectuer des prélèvements en deux points (haut et bas) (attention à choisir un point bas qui ne se trouvera pas, si possible, dans les sédiments en fin de décantation),
 - pour les prélèvements, éliminer les premiers ml, surtout pour les colonnes en verre,
 - noter le temps d'apparition des sédiments, ou des flottants, et ensuite l'évolution de sa hauteur au cours du temps,
- 8. en fin d'essai, après un temps souhaité ou quand la hauteur du front est constante ou quand la valeur d'un paramètre ne varie plus (pour s'aider, tracer les courbes en fonction du temps :
 - tarer le bidon de surnageant moyen et vidanger le surnageant au point de prélèvement le plus bas possible mais suffisamment au-dessus
 - du front pour ne pas le perturber,
 - si besoin, siphonner le surnageant restant à l'aide d'un tuyau tarer le bidon des sédiments et récupérer ensuite les sédiments dans ce bidon en ouvrant la vanne de vidange de la colonne.

C.3 Dispositif d'analyse des MES

Cette section regroupe l'ensemble des instructions relatives à la conduite de mesure de matières en suspension dans un liquide donné.

C.3.1 Matériels Utilisés

Une rampe de filtration de marque SARTORIUS SM 16828 :

- équipée de 3 cellules de filtration en inox,
- diamètre utile de filtration = $38mm$,
- surface de filtration utile = $1.134E - 3m^2$.

Une étuve de marque BINDER :

- puissance max. = $0.8kW$,
- régulée à $105^{\circ}C$.

Des membranes de filtration dites de type AP40 :

- seuil de coupure théorique IFTS : $5\mu m$,
- marque : Millipore,
- type : fibre de verre,
- diamètre = $47mm$.

Une pompe à vide de marque KNF pour filtrer sous vide.

Une pince à membrane.

C.3.2 Mode opératoire

Remarque importante : utiliser une pince à membrane pour manipuler les filtres pendant l'analyse.

C.3.2.1 Préparation préalable des membranes de filtration AP40

Pour chaque série de mesures de MES, il faut préalablement préparer les membranes en les lavant abondamment à l'eau déminéralisée microfiltrée afin de supprimer les fibres non liées à la membrane qui pourraient être entraînées pendant la filtration de l'échantillon.

Procédure :

1. placer le nombre nécessaire de capsule en aluminium à l'étuve à $105^{\circ}C$ la veille,
2. positionner la membrane sur une cellule de filtration,
3. connecter la rampe de filtration à la pompe à vide,
4. mettre la pompe à vide en marche,
5. passer au moins $150ml$ d'eau déminéralisée microfiltrée sur la membrane,
6. ensuite regrouper les membranes dans une boîte de Pétri et placer le tout à l'étuve à $105^{\circ}C$ pendant une nuit,
7. sortir la boîte de Pétri suffisamment tôt de l'étuve de façon à ce que les membranes soient à température ambiante lors de leur utilisation, et les mettre au dessiccateur,
8. faire de même avec les capsules,
9. annoter une capsule avec le $N_{affaire}^o$, le N_{IFTS}^o ,
10. placer une membrane dans la capsule,
11. peser la masse de chaque membrane lavée séchée (=tare) et la noter dans le CE.

C.3.2.2 La filtration

Une fois que la tare a été déterminé de chaque membrane lavée, séchée.
Procédure :

1. peser la masse initiale du flacon contenant le produit à filtrer et la noter dans le CE,
2. placer la membrane à l'aide de la pince sur le support de filtration,
3. mouillée la avec de l'eau déminéralisée,
4. placer et fixer l'entonnoir par-dessus,
5. agiter puis verser petit à petit le produit dans la cellule (risque de colmatage rapide de la membrane),
6. quand la membrane est suffisamment chargée en MES, il faut bien la rincer en passant un volume suffisant d'eau déminéralisée,
7. peser à nouveau le flacon contenant le produit à filtrer et noter la masse dans le CE,
8. calculer la masse de produit filtré sur la membrane et la noter dans le CE,
9. enlever délicatement la membrane de la cellule avec la pince, la remettre dans la capsule en aluminium puis placer le tout à l'étuve à $105^{\circ}C$,
10. laisser à l'étuve pendant au moins $12h$,
11. faire une première pesée et la noter dans le CE,
12. remettre à l'étuve pendant $2h$ puis reperce (si la masse sèche de la membrane varie, procéder plusieurs fois à cette étape),
13. noter, dans le CE, la masse finale de la membrane chargée séchée,
14. calculer la différence entre la masse de la membrane chargée séchée et la masse de la membrane neuve séchée et la noter dans le CE,
15. calculer les MES (en g/l).

C.4 Procédé de filtration et d'essorage, dans la centrifugeuse

Nous allons présenter l'ensemble des instructions relatives au protocole de la filtration et de l'essorage d'un gâteau de filtration dans la centrifugeuse.

C.4.1 Matériels Utilises

La configuration du dispositif utilisé a été décrit dans la partie 5.1.1.

C.4.2 Mode opératoire

Le mode opératoire est le suivant.

C.4.3 Préparation

1. positionner le panier en acier dans l'essoreuse,
2. fixer le panier sur l'axe de rotation de l'essoreuse avec une vis de fixation,
3. y introduire une sous-toile avant de placer la toile filtrante dans le panier,
4. fixer la toile sur l'axe de l'essoreuse grâce à un collier d'électricien,
5. remarque : Il est important de bien respecter la position de la toile dans le panier grâce aux repères inscrits,
6. choisir une buse d'alimentation adaptée à l'essai en fonction de l'angle d'alimentation et de la répartition souhaitée,
7. vérifier que l'angle de la buse d'injection soit bien vertical pour une meilleure répartition de la suspension,
8. fermer le couvercle de l'essoreuse et serrer les vis autour de l'essoreuse avec une clé plate de 13,
9. verrouiller l'essoreuse en enclenchant la sécurité et vérifier grâce à un indicateur lumineux, situé sur le boîtier rouge, que celle-ci est bien mis en place,
10. réglage du système de double pesée :
 - tarer la balance qui se situe en haut du pilote,
 - positionner le système de double pesée en le suspendant à la chaîne qui est reliée à la balance et vérifier sa masse sur le logiciel de l'ordinateur. Celle-ci doit être égale à 0.0962 g,
 - fixer les trois tiges sur le couvercle de l'essoreuse en respectant les repères indiqués sur le couvercle et sur les tiges,
 - régler avec la vis la tension du système de double pesée et contrôler leur position grâce à la masse indiquée sur le logiciel Labview (Elle doit avoir une valeur aux alentours de 14.191 kg),
11. purger la pompe en remplissant la cuve d'alimentation avec de l'eau. Pour cela dévisser une vis présente sur la pompe à l'aide d'un tournevis afin de chasser l'éventuel air qui pourrait endommager la pompe,
12. préparer la suspension dans la cuve d'alimentation grâce à un mobile d'agitation,

13. relier l'alimentation à l'essoreuse et positionner la vanne de telle sorte à avoir un circuit fermé,
14. ouvrir le logiciel Labview et sélectionner le fichier en fonction du type d'essai souhaité,
15. mettre en marche la pompe par le biais de l'ordinateur (réglage en Hz) ou manuellement,
16. remarque : Ce réglage nécessite de basculer un interrupteur *pilotage vitesse* qui se situe sur le tableau de bord de la pompe. Le mode *Ext* explicite un réglage par l'ordinateur et le mode *int* désigne le réglage de la pompe grâce au régulateur de vitesse qui se situe en dessous de l'interrupteur désigné précédemment,
17. attendre que la suspension soit répartie équitablement dans tout le circuit et placer la sortie dans la cuve d'alimentation afin d'avoir une alimentation en continue,
18. étalonner l'essoreuse en réglant sa vitesse de rotation avec l'ordinateur progressivement puis fixer une vitesse pour la mise en alimentation de la suspension dans l'essoreuse. Le réglage de la vitesse de rotation s'effectue en Hertz et apparaît sur la page *filtration-essorage*,
19. se munir d'un chronomètre et lancer l'essai.

C.4.4 Déroulement de l'essai

1. déclencher le chronomètre et à un temps précis (340s) afin de faciliter l'exploitation des résultats, puis ouvrir la vanne d'alimentation,
2. après x min d'alimentation fermer la vanne d'alimentation et arrêter la pompe ainsi que le mobile d'agitation dans la cuve d'alimentation puis la vidanger. Le temps d'alimentation dépend de la vitesse de rotation appliquée sur la centrifugeuse,
3. attendre x min d'essorage et observer l'évolution de l'épaisseur de l'anneau liquide sur le logiciel grâce à un capteur miroir à l'intérieur de l'essoreuse,
4. arrêter la centrifugeuse par le biais de l'ordinateur et attendre quelques secondes avant l'ouverture de celle-ci,
5. mesurer ou relever les données importantes (épaisseur du gâteau, teneur en eau),
6. nettoyer les canalisations et l'essoreuse en prenant soin de sortir la toile filtrante et le panier en acier et de les nettoyer séparément.

C.5 Procédé de déshydratation assisté par MO des gâteaux de filtration, dans la centrifugeuse

Cette section regroupe l'ensemble des instructions relatives au protocole de l'essorage assisté par micro-ondes d'un gâteau de filtration dans la centrifugeuse.

C.5.1 Matériels Utilises

La configuration du dispositif utilisé a été décrit dans la partie 5.1.2.

C.5.2 Mode opératoire

Le mode opératoire est le suivant.

C.5.3 Préparation

1. positionner le panier en acier dans l'essoreuse,
2. fixer le panier sur l'axe de rotation de l'essoreuse avec une vis de fixation,
3. y introduire une sous-toile avant de placer la toile filtrante dans le panier,
4. fixer la toile sur l'axe de l'essoreuse grâce à un collier d'électricien,
5. remarque : Il est important de bien respecter la position de la toile dans le panier grâce aux repères inscrits,
6. choisir une buse d'alimentation adaptée à l'essai en fonction de l'angle d'alimentation et de la répartition souhaitée,
7. vérifier que l'angle de la buse d'injection soit bien vertical à la toile pour une meilleure répartition de la suspension,
8. fermer le couvercle de l'essoreuse et serrer les vis autour de l'essoreuse avec une clé plate de 13,
9. verrouiller l'essoreuse en enclenchant la sécurité et vérifier grâce à un indicateur lumineux, situé sur le boîtier rouge, que celle-ci est bien mis en place,
10. allumer le déshumidificateur et régler les paramètres d'humidité et de température souhaités,
11. positionner le guide d'ondes en face de l'ouverture prévue à cet effet,

12. placer l'hygromètre dans un des emplacements prévus pour le système de double pesée et le fixer avec du scotch,
13. mettre en place le raccordement entre l'alimentation en air sec (dés humidificateur + batterie chauffante) et la centrifugeuse,
14. purger la pompe en remplissant la cuve d'alimentation avec de l'eau. Pour cela dévisser une vis présente sur la pompe à l'aide d'un tournevis afin de chasser l'éventuel air qui pourrait endommager la pompe,
15. préparer la suspension dans la cuve d'alimentation grâce à un mobile d'agitation,
16. relier l'alimentation à l'essoreuse et positionner la vanne de telle sorte à avoir un circuit fermé,
17. ouvrir le logiciel Labview et sélectionner le fichier en fonction du type d'essai souhaité,
18. mettre en marche la pompe par le biais de l'ordinateur (réglage en Hz) ou manuellement,
19. remarque : Ce réglage nécessite de basculer un interrupteur *pilotage vitesse* qui se situe sur le tableau de bord de la pompe. Le mode *Ext* explicite un réglage par l'ordinateur et le mode *int* désigne le réglage de la pompe grâce au régulateur de vitesse qui se situe en dessous de l'interrupteur désigné précédemment,
20. attendre que la suspension soit répartie équitablement dans tout le circuit et placer la sortie dans la cuve d'alimentation afin d'avoir une alimentation en continue,
21. étalonner l'essoreuse en réglant sa vitesse de rotation avec l'ordinateur progressivement puis fixer une vitesse pour la mise en alimentation de la suspension dans l'essoreuse. Le réglage de la vitesse de rotation s'effectue en Hertz et apparaît sur la page *filtration-essorage*,
22. se munir d'un chronomètre et lancer l'essai.

C.5.4 Déroulement de l'essai

1. déclencher le chronomètre et puis ouvrir la vanne d'alimentation,
2. après x min d'alimentation fermer la vanne d'alimentation et arrêter la pompe ainsi que le mobile d'agitation dans la cuve d'alimentation puis la vidanger. Le temps d'alimentation dépend de la vitesse de rotation appliquée sur la centrifugeuse,

3. attendre x min d'essorage et observer l'évolution de l'épaisseur de l'anneau liquide sur le logiciel grâce à un capteur miroir à l'intérieur de l'essoreuse,
4. démarrer le séchage micro-onde pendant x min,
5. vérifier les fuites grâce à un détecteur HI-1501,
6. arrêter les micro-ondes par le biais de l'ordinateur plus manuellement,
7. arrêter la centrifugeuse par le biais de l'ordinateur et attendre quelques secondes avant l'ouverture de celle-ci,
8. mesurer ou relever les données importantes (épaisseur du gâteau, teneur en eau),
9. nettoyer les canalisations et l'essoreuse en prenant soin de sortir la toile filtrante et le panier en acier et de les nettoyer séparément.

C.6 Procédé d'essorage et de déshydratation par MO des bobines textiles, dans la centrifugeuse

Cette section regroupe l'ensemble des instructions relatives au protocole de l'essorage ou de l'essorage assisté par micro-ondes d'une bobine textile dans la centrifugeuse.

C.6.1 Matériels Utilisés

La configuration du dispositif utilisé a été décrit dans la partie 5.1.3.

C.6.2 Mode opératoire

Le mode opératoire est le suivant.

C.6.3 Protocole de mouillage

1. remplir un grand récipient avec 20 litres d'eau,
2. ajouter 10 ml de tensioactif Croscour Z 180,
3. faire chauffer le mélange eau-tensioactif jusqu'à une température souhaitée (s'il est prévu),
4. immerger la bobine et déclencher le chronomètre,

5. laisser immerger 10 minutes (en utilisant des plaques métalliques pour maintenir la bobine immergée dans le cas où celle-ci remonte à la surface) et faire tourner la bobine de temps en temps afin qu'elle soit en mouvement,
6. sortir la bobine et la déposer immédiatement sur une grille placée juste au dessus du récipient,
7. attendre 10 minutes (lorsque la bobine ne perd plus d'eau),
8. peser la bobine.

C.6.4 Préparation

1. positionner le panier en acier dans l'essoreuse,
2. fixer le panier sur l'axe de rotation de l'essoreuse avec une vis de fixation,
3. mettre la bobine textile,
4. fermer le couvercle de l'essoreuse et serrer les vis autour de l'essoreuse avec une clé plate de 13,
5. verrouiller l'essoreuse en enclenchant la sécurité et vérifier grâce à un indicateur lumineux, situé sur le boîtier rouge, que celle-ci est bien mis en place,
6. allumer le déshumidificateur et régler les paramètres d'humidité et de température souhaités (si essai MO),
7. positionner le guide d'ondes en face de l'ouverture prévue à cet effet (si essai MO),
8. placer l'hygromètre dans un des emplacements prévus pour le système de double pesée et le fixer avec du scotch (si essai MO),
9. mettre en place le raccordement entre l'alimentation en air sec (déshumidificateur + batterie chauffante) et la centrifugeuse (si essai MO),
10. ouvrir le logiciel Labview et sélectionner le fichier en fonction du type d'essai souhaité,
11. étalonner l'essoreuse en réglant sa vitesse de rotation avec l'ordinateur progressivement puis fixer une vitesse,
12. se munir d'un chronomètre et lancer l'essai.

C.6.5 Déroulement de l'essai

1. déclencher le chronomètre une fois la vitesse souhaité atteint,

2. attendre x min d'essorage,
3. démarrer le séchage micro-onde pendant x min (si essai MO),
4. vérifier les fuites grâce à un détecteur HI-1501 (si essai MO),
5. arrêter les micro-ondes par le biais de l'ordinateur plus manuellement (si essai MO),
6. arrêter la centrifugeuse par le biais de l'ordinateur et attendre quelques secondes avant l'ouverture de celle-ci,
7. mesurer ou relever les données importantes (teneur en eau),
8. nettoyer l'essoreuse.

Annexe D

Récapitulatif des essais

Les données de tous les essais qui font partie de la thèse sont détaillées dans cette annexe, les essais sont classées selon l'objectif d'analyse de l'essai.

D.1 Les essais

Les essais présentés sont :

- **Essais pour déterminer les paramètres de filtration et essorage**
 - Tableau D.1
 - Tableau D.2
- **Essais d'essorage des gâteaux de filtration**
 - Tableau D.3
 - Tableau D.4
- **Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différentes températures**
 - Tableau D.5
 - Tableau D.6
 - Tableau D.7
- **Essais de séchage des gâteaux de filtration**
 - Tableau D.8
 - Tableau D.9
 - Tableau D.10
 - Tableau D.11
- **Essais de séchage des bobines textiles**
 - Tableau D.12

Essai	Produit	Vitesse de filtration (<i>tr/min</i>)	Vitesse d'essorage (<i>tr/min</i>)	Sous toile	Débit masse (<i>kg/h</i>)	f _{vs} (-)	épaisseur moyenne (<i>mm</i>)	Porosité (%)
E1	Talc	1500	1500	Fine	106	0,084	10,9	54
E4	Talc	3000	3000	Fine	202	0,084	9,8	51
E5	Talc	3000	3000	Fine	203	0,084	10	52
E6	Talc	3000	3000	Fine	201	0,084	9,5	52
E17	Talc	4000	4000	Fine	200	0,084	9,2	48,5
E18	Talc	4000	4000	Fine	199	0,084	9,4	49,5
E38	Spath	1000	1000	Fine	199	0,074	10	70

Tableau D.1 – Essais pour déterminer les paramètres de filtration et essorage, première partie

Essai	Rm (1/m)	k (m ²)	Pb (bar)	λ (-)	S_{∞} (-)
E1	5,0E+11	2,30E-15	-	-	-
E4	2,0E+11	1,20E-15	1,24	6	0,1
E5	3,0E+11	1,30E-15	1,28	6	0,1
E6	2,0E+11	1,17E-15	1,26	6	0,1
E17	6,0E+11	1,00E-15	1,59	6	0,04
E18	1,0E+12	1,20E-15	1,65	6	0,04
E38	2,0E+11	2,00E-14	-	-	-

Tableau D.2 – Essais pour déterminer les paramètres de filtration et essorage, deuxième partie

Essai	Produit	Vitesse de filtration (<i>tr/min</i>)	Vitesse d'essorage (<i>tr/min</i>)	Sous toile	Porosité (%)	e (mm)	Temps d'essorage (s)	W final (%)	Quantité d'eau dans le gâteau (g)
E1	Talc	1500	1500	Fine	54	10,9	1070	47,5	1140
E2	Talc	1500	1500	Sans	55,5	10,2	1800	44,4	1066
E3	Talc	3000	3000	Fine	50	10,0	1100	36,1	866
E4	Talc	3000	3000	Fine	51	9,8	960	36,4	874
E5	Talc	3000	3000	Fine	52	10,0	1035	35,8	859
E6	Talc	3000	3000	Fine	50	9,5	1110	35,85	860
E7	Talc	3000	3000	Fine	52	9,8	3600	35,45	851
E8	Talc	3000	3000	Fine	52	10,0	100	37,2	893
E9	Talc	3000	3000	Fine	49	9,5	420	37,05	889
E10	Talc	3000	3000	Fine	50	9,6	60	39,8	955
E11	Talc	3000	3000	Épaisse	51	9,8	800	36	864
E12	Talc	3000	3000	Épaisse	52	10,0	2400	32,8	787
E13	Talc	3000	3000	Épaisse	50	9,5	3600	32,1	770
E14	Talc	4000	4000	Fine	50	10,2	1650	28	672
E15	Talc	4000	4000	Fine	51	9,8	1250	27,7	665
E16	Talc	4000	4000	Fine	51	9,5	1280	28,9	694
E17	Talc	4000	4000	Fine	49	9,2	1250	27,6	662
E18	Talc	4000	4000	Fine	50	9,4	1285	28,9	694
E19	Talc	4000	4000	Fine	49	11,2	3600	23,7	569

Tableau D.3 – Essais d'essorage des gâteaux de filtration

Essai	Produit	Vitesse de filtration (<i>tr/min</i>)	Vitesse d'essorage (<i>tr/min</i>)	Sous toile	Porosité (%)	e (mm)	Temps d'essorage (s)	W final (%)	Quantité d'eau dans le gâteau (g)
E20	Talc	4000	4000	Fine	51	9,6	180	30,1	722
E21	Talc	4000	4000	Fine	49	9,8	600	26	624
E22	Talc	4000	4000	Fine	49	10,0	2400	24,64	591
E23	Talc	4000	4000	Fine	49	10,2	60	33,1	794
E24	Talc	4000	4000	Épaisse	51	9,9	2410	24,8	595
E25	Talc	4000	4000	Épaisse	49	9,9	3600	24,7	593
E26	Talc	4000	4000	Épaisse	49	6,6	1830	28,5	456
E27	Talc	1500	3000	Fine	52	10,0	1160	26,3	631
E28	Talc	1500	3000	Sans	50	9,9	1430	35,5	852
E29	Talc	1500	3000	Sans	52	9,6	540	37,9	909,6
E30	Talc	1500	3000	Sans	50	9,6	1400	35,8	859,2
E31	Talc	1500	3000	Sans	51	10,4	610	34,6	830,4
E32	Talc	1500	3000	Épaisse	52	10,1	120	37,4	898
E33	Talc	1500	3000	Épaisse	50	10,0	1380	34	816
E34	Talc	1500	4000	Fine	50	9,5	1000	26,3	631
E35	Talc	1500	4000	Fine	49	9,2	1030	28,3	679
E36	Talc	1500	4000	Fine	51	9,4	1030	27,4	658
E37	Talc	1500	4000	Épaisse	49	9,1	1450	24,6	590
E38	Spath	1500	1500	Fine	70	10	3510	69,9	1090

Tableau D.4 – Essais d'essorage des gâteaux de filtration, deuxième partie

Essai	Vitesse d'essorage (<i>tour/min</i>)	Durée essorage (<i>min</i>)	Température de mouillage l'eau($^{\circ}C$)	Masse bobine sèche (<i>g</i>)	Quantité d'eau après essorage (<i>g</i>)	W (%)
T1	1530	20	19	1596	211	13,6
T2	1530	20	19	1596	211	13,6
T3	1530	20	70	1596	176	11,3
T4	1530	20	19	1596	224	14,5
T5	1530	20	52,5	1596	186	12,0
T6	1530	20	71	1596	161	10,4
T7	1530	20	51,5	1596	180	11,6
T8	1530	20	67	1596	162	10,5
T9	1530	20	90	1596	156	10,1
T10	1530	20	83	1596	159	10,3
T11	1530	20	20	1596	228	14,7
T12	1530	20	9,5	1596	239	15,4
T13	1530	20	9	1596	239	15,4
T14	1530	20	38,4	1596	212	13,7
T15	1530	20	37	1596	208	13,5
T16	1050	20	38	1596	315	20,3
T17	1990	20	43	1596	160	10,4
T18	1990	20	63	1596	140	9,0
T19	1050	20	18,8	1596	328	21,2
T20	1990	20	19	1596	155,5	10,0

Tableau D.5 – Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différents températures, première partie

Essai	Vitesse d'essorage (<i>tour/min</i>)	Durée d'essorage (<i>min</i>)	Température de mouillage l'eau ($^{\circ}\text{C}$)	Masse bobine sèche (<i>g</i>)	Quantité d'eau après essorage (<i>g</i>)	W (%)
T21	1990	20	19,4	1596	157	10,1
T22	1050	20	10,3	1596	354,5	22,9
T23	1990	20	9,8	1596	168	10,9
T24	1050	20	19	1596	342,1	22,1
T25	1050	20	45	1596	320,8	20,7
T26	1990	20	48	1596	149,5	9,7
T27	1050	20	60	1596	293,8	19,0
T28	1990	20	64	1596	143	9,2
T29	1050	20	65	1596	284	18,3
T30	1050	20	81,5	1596	259,5	16,8
T31	1990	20	91	1596	133,5	8,6
T32	1740	20	29,6	1596	195	12,6
T33	1740	20	32,6	1596	188	12,1
T34	1740	20	30	1596	187	12,1
T35	1740	20	92	1596	152	9,8
T36	1740	20	92,6	1596	147	9,5
T37	1050	20	95	1596	229,5	14,8
T38	1050	15	20	1596	353,8	22,9
T39	1050	10	20,2	1596	386,2	24,9
T40	1050	25	20	1596	339,9	22,0

Tableau D.6 – Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différents températures, deuxième partie

Essai	Vitesse d'essorage (<i>tour/min</i>)	Durée essorage (<i>min</i>)	Température de mouillage l'eau($^{\circ}C$)	Masse bobine sèche (<i>g</i>)	Quantité d'eau après essorage (<i>g</i>)	W (%)
T41	1050	25	20	1596	330,9	21,4
T42	1050	30	20,4	1596	311,6	20,1
T43	1050	30	20,7	1596	315,3	20,4
T44	1050	25	21	1596	326,9	21,1
T45	1050	60	21,4	1596	264,5	17,1
T46	1050	30	20,7	1596	336,3	21,7
T47	1050	45	20,8	1596	291,9	18,9
T48	1990	20	22,9	1596	160	10,3
T49	3000	20	18,7	1596	128	8,2

Tableau D.7 – Essais d'essorage des bobines textiles et essais d'essorage des bobines textiles à différents températures, troisième partie

Essai	Série ou Couplé	Sous toile (mm)	Vitesse d'essorage (tr/min)	Temps essorage (s)	Temps MO (s)	$P_{incidente}$ (W)	$P_{filtrée}$ (W)	$P_{appliquée}$ (W)	$E_{appliquée}$ (Wh)
C1	Couplé	1,8	4000	1800	297	1181	167	1014	84
C2	Couplé	1,8	4000	1800	300	1181	162	1019	85
C3	Couplé	1,8	4000	1800	591	1181	61	1120	184
C4	Couplé	1,8	4000	1800	597	1181	54	1127	187
C5	Couplé	1,8	4000	1800	897	1181	73	1108	276
S1	Série	1,8	4000	2100	327	1181	81	1100	100
S2	Série	1,8	4000	2400	622	1181	109	1072	185
S3	Série	1,8	4000	2250	477	1181	122	1059	140
S4	Série	1,8	4000	2700	942	1181	67	1114	292
C6	Couplé	1,8	3000	2400	300	1181	129	1052	88
C7	Couplé	1,8	3000	2400	1197	1181	54	1127	375
S5	Série	1,8	3000	2700	282	1181	64	1117	88
S6	Série	1,8	3000	3600	1299	1181	105	1076	388
C8	Couplé	1,8	4000	1800	297	1181	64	1117	92
C9	Couplé	1,8	4000	1800	903	1181	102	1079	271
S7	Série	1,8	4000	2100	254	1181	94	1087	77
S8	Série	1,8	4000	2700	891	1181	116	1065	264

Tableau D.8 – Essais de séchage des gâteaux de filtration, première partie

Essai	Produit	Épaisseur moyenne (mm)	M gâteau sec (g)	Estima- tion masse gâteau humide avant séchage(g)	Estima- tion d'eau avant séchage (g)	Masse gâteau humide après séchage (g)	Eau dans le gâteau après séchage (g)	Eau évacué (g)
C1	Talc	9,5+-0,2	2374	2955	581	2857	483	98
C2	Talc	9,5+-0,2	2368	2948	580	2849	481	99
C3	Talc	9,5+-0,2	2370	2951	581	2791	421	160
C4	Talc	9,5+-0,2	2421	3014	593	2841	420	173
C5	Talc	9,5+-0,2	2437	3034	597	2778	341	256
S1	Talc	9,5+-0,2	2345	2920	575	2812	467	108
S2	Talc	9,5+-0,2	2436	3033	597	2846	410	187
S3	Talc	9,5+-0,2	2327	2897	570	2762	435	135
S4	Talc	9,5+-0,2	2390	2975	585	2691	301	284
C6	Talc	9,5+-0,2	2360	3128	767	3070	709	58
C7	Talc	9,5+-0,2	2366	3135	769	2867	501	268
S5	Talc	9,5+-0,2	2364	3132	768	3065	701	67
S6	Talc	9,5+-0,2	2402	3183	781	2795	393	388
C8	Talc	6,6+-0,15	1572	2020	448	1923	351	97
C9	Talc	6,6+-0,15	1603	2060	457	1792	189	268
S7	Talc	6,6+-0,15	1562	2066	458	1962	354	104
S8	Talc	6,6+-0,15	1584	2036	452	1748	164	288

Tableau D.9 – Essais de séchage des gâteaux de filtration, deuxième partie

Essai	W final (%)	W final Int (%)	W final Ext (%)	(Wext-Wint)/W (%)	kWh/kg évacué	Densité P (W/geau)
C1	20,4	16,3	25,3	44	0,85	1,74
C2	20,3	17,5	26,0	42	0,85	1,76
C3	17,7	-	-	-	1,15	1,93
C4	17,4	11,8	19,3	43	1,08	1,90
C5	14,0	10,0	16,2	44	1,08	1,86
S1	19,9	16,7	24,5	39	0,93	1,91
S2	16,8	-	-	-	0,99	1,80
S3	18,7	16,6	19,3	14	1,04	1,86
S4	12,6	9,4	12,7	26	1,03	1,90
C6	30,0	26,7	35,4	29	1,51	1,37
C7	21,2	17,9	24,0	29	1,40	1,47
S5	29,7	24,9	31,6	23	1,30	1,45
S6	16,3	16,8	18,5	10	1,00	1,38
C8	22,3	19,0	25,8	30	0,95	2,49
C9	11,8	9,7	13,5	32	1,01	2,36
S7	22,1	19,4	23,8	20	0,74	2,37
S8	10,3	10,0	11,7	17	0,91	2,36

Tableau D.10 – Essais de séchage des gâteaux de filtration, troisième partie

Essai	Débit de balayage (m^3)	Température de l'air de balayage ($^{\circ}C$)	Hr de l'air de balayage (%)	Masse d'eau extrait par balayage (g)
C1	46	40	9	54
C2	49	41	10	66
C3	47	43	12	-
C4	48	42	9	163
C5	48	43	8	263
S1	45	41	12	66
S2	50	43	15	-
S3	49	39	12	-
S4	45	41	11	248
C6	47	40	8	57
C7	50	42	7	393
S5	40	38	11	39
S6	36	38	11	349
C8	49	40	11	74
C9	45	42	13	304
S7	49	40	10	
S8	55	41	17	343

Tableau D.11 – Essais de séchage des gâteaux de filtration, quatrième partie

Essai	$P_{\text{incidente}}$ (W)	$P_{\text{appliquée}}$ (W)	Temps d'essorage (s)	Temps de MO (s)	Énergie (Wh)	Eau évacué (g)	W final (%)	kWh/kg d'eau évacué
TC1	790	676	1200	153	29	14,5	9,4	1,98
TC2	791	611	1200	297	50	47	7,3	1,07
TC3	791	627	1200	447	78	62	6,3	1,25
TC4	716	623	1200	477	83	58,6	6,6	1,41
TC5	791	656	1200	594	108	92	4,4	1,17
TC6	790	684	1200	147	28	28	6,4	1
TC7	791	676	1200	447	84	76,4	3,3	1,1
TC7	791	676	1200	447	84	76,4	3,3	1,1
TS1	791	663	1350	147	27	0	10,6	100
TS2	832	599	1200	303	50	15	9,4	3,36
TS3	820	600	1500	297	50	14	9,3	3,46
TS4	791	638	1650	450	80	41,6	7,6	1,92
TS5	773	631	1800	477	84	40,6	7,7	2,06
TS6	691	615	1800	603	103	48,5	7,2	2,12
TS7	790	677	1350	147	28	17,6	7,1	1,57
TS8	791	685	1500	297	57	32	6,2	1,77
TS9	791	666	1650	441	82	57,4	4,5	1,42

Tableau D.12 – Essais de séchage des bobines textiles

Annexe E

Estimation d'erreur de la teneur en eau finale

Pendant la thèse, un grand nombre d'essais d'essorage et d'essorage assisté thermiquement ont été faits. L'estimation de l'erreur de la teneur en eau finale du produit (calculée par pesage) a été calculée à partir des écarts en teneur en eau obtenus dans des situations analogues.

E.1 Gâteaux de filtration

Dans le cas de l'essorage des gâteaux de filtration, les écarts maximums entre les différents échantillons d'un gâteau ont été analysés. Les écarts entre les différents gâteaux analogues ont été également analysés. Tenant en compte le grand nombre d'essais réalisés, l'estimation d'erreur a été définie comme l'écart maximum mesuré entre deux échantillons ou deux gâteaux analogues. Les estimations d'erreurs ont été groupées en deux catégories selon la vitesse d'essorage. Dans chaque groupe la valeur la plus grande a été retenue : Tableau E.1.

Pour le cas de l'essorage assisté thermiquement, le critère de définition de l'estimation d'erreur a été le même que dans le cas précédent. De plus, pour prendre en compte le fait que le gâteau à la fin de l'essorage a déjà une incertitude sur la teneur en eau en fin d'essorage, les écarts maximums après l'essorage et après le séchage ont été comparés et l'écart le plus important a été retenu : Tableau E.2.

Vitesse d'essorage (<i>tr/min</i>)	Écart maximal en W(%)	Estimation d'erreur (%)
3000	1, 2	$\pm 0,6$
4000	1, 6	$\pm 0,8$

Tableau E.1 – Estimation d'erreur de la teneur en eau finale du gâteau pour les essais d'essorage

Vitesse d'essorage (<i>tr/min</i>)	Écart maximal en W(%)	Estimation d'erreur (%)
3000	1, 2	$\pm 0,6$
4000	1, 6	$\pm 0,8$

Tableau E.2 – Estimation d'erreur de la teneur en eau finale du gâteau pour les essais d'essorage assisté thermiquement

E.2 Bobines textiles

Dans le cas de l'essorage des bobines textiles, les écarts maximums entre les différents essais analogues sur la bobine ont été analysés. En prenant en compte le grand nombre d'essais réalisés, l'estimation d'erreur a été définie comme l'écart maximal mesuré entre deux essais analogues. Pour tous les types d'essai et dans toutes les vitesses une seule estimation d'erreur a été définie pour l'essorage des bobines textiles. L'écart maximal entre deux essais analogues a été retenu comme l'estimation d'erreur : Tableau E.3.

Produit	Écart maximal en W(%)	Estimation d'erreur (%)
Bobine textile	1, 7	$\pm 0,85$

Tableau E.3 – Estimation d'erreur de la teneur en eau finale de la bobine pour les essais d'essorage

Pour le cas de l'essorage assisté thermiquement, le critère de définition de l'estimation d'erreur a été le même que dans le cas précédents. De plus, pour

prendre en compte le fait qu'il y a dans la bobine à la fin de l'essorage une incertitude sur la teneur en eau en fin d'essorage, les écarts maximales après l'essorage et après le séchage ont été comparés et l'écart le plus important a été retenu : Tableau E.4.

Produit	Écart maximal en W(%)	Estimation d'erreur (%)
Bobine textile	1,7	$\pm 0,85$

Tableau E.4 – Estimation d'erreur de la teneur en eau final de la bobine pour les essais d'essorage assistés thermiquement

Remarque : les écarts obtenus en essorage ont été plus importants que les écarts observés dans la déshydratation assistée thermiquement.

Annexe F

Adaptation du système de double pesée aux micro-ondes

Le système de double pesée n'était pas adapté à l'utilisation avec les micro-ondes. Il a donc été adapté pour pouvoir l'utiliser dans ces conditions (Figure F.1).

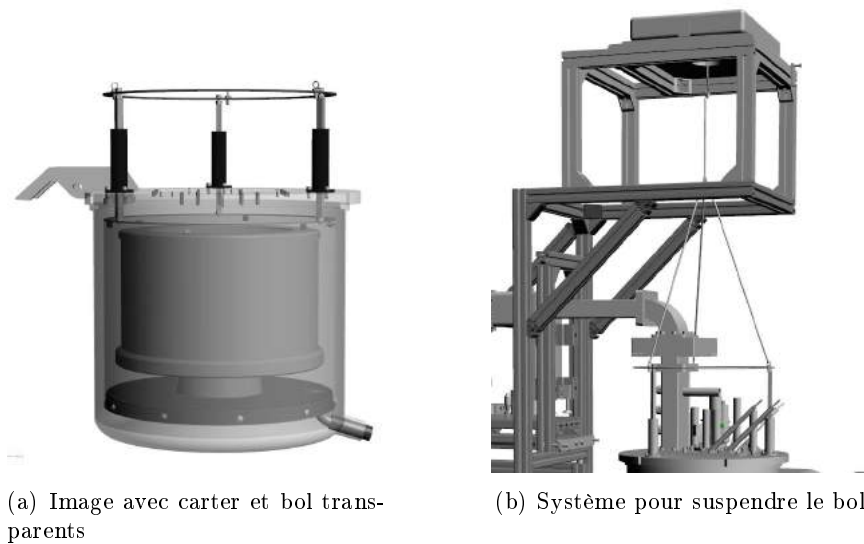


FIGURE F.1 – Système de double pesée compatible avec les micro-ondes

Le bol placé à l'intérieur du carter avait le fond en PVC, ce qui n'était pas compatible avec les micro-ondes. Il a été changé par un fond en aluminium. Les vis en acier inoxydable qui centrent le bol par rapport au carter dans la

partie supérieur étaient très proches du carter entretenant un risque d'arcs électriques. Ils ont été remplacés par des vis en téflon.

Pour suspendre le bol de la balance extérieure 3 tubes en acier inoxydable assurent le piégeage des ondes et permettent d'avoir des ouvertures dans le couvercle. Le bol suspendu a été relié à la balance avec trois tiges en mica-silicone qui sont placées aux ouvertures assurées par les tubes en acier inoxydables. L'utilisation des tiges en mica-silicone est fondamentale, car si nous avions une tige en matériel conducteur, les pièges à ondes faits avec les tuyaux métalliques deviendraient des conduits coaxiaux et les ondes sortiraient à l'extérieur.

Un anneau relie les trois tiges en mica-silicone via trois chaînes et la liaison avec la balance est assurée par une quatrième chaîne. Cette balance est placée sur un support mobile dans le sens horizontal qui facilite le réglage du système (Figure F.1).

Annexe G

Mesure de l'évolution du champ électrique dans le carter

La mesure du champ électrique dans une cavité multimode est impossible à faire, mais l'évolution du champ peut être contrôlée grâce à un système d'antennes plongées dans différents endroits de la cavité, qui vont indiquer si le champ électrique s'intensifie ou décroît.

Comme les capteurs de cristal diode utilisés pour transformer le courant en tension ne peuvent supporter des tensions supérieures à $200mV$, un système qui permet de plonger plus ou moins les antennes dans la cavité permet d'avoir toujours des tensions inférieures à $200mV$ (FigureG.1).

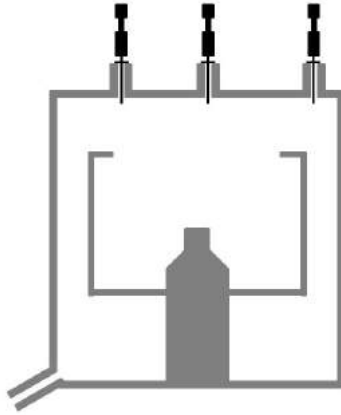


FIGURE G.1 – Schéma des antennes utilisées pour analyser l'évolution du champ

Le système de mesure installé est composé d'une antenne où va être induit le courant, il est disposé à l'intérieur d'un dispositif réglable en hauteur (Figure G.2), un atténuateur (*jfw 50D-052+N/BNC*) pour éviter des endommagement dans les capteurs qui sont très sensibles et un capteur de cristal diode (*jfw 50D-052+N/BNC*) qui va transformer le courant en tension qui est ensuite mesuré.

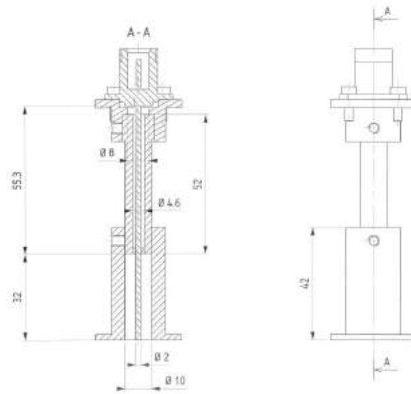


FIGURE G.2 – Système pour régler les antennes en hauteur

Annexe H

Validation du modèle de Wang et Schmugge

Pour valider l'utilisation du modèle de Wang et Schmugge, des mesures de la permittivité complexe sur des gâteaux de filtration de Spath et PVC ont été aussi faites :

Les paramètres utilisés dans les modèles pour les gâteaux de différents produits sont (Tableau H.1), où la permittivité complexe des poudres ont été mesurées au CETIAT et considérées constantes avec le changement de température dans notre plage d'utilisation.

Produits	ϵ' (-)	ϵ'' (-)	Porosité (%)	Point de flétrissement permanent (-)
Spath	5,45	0,015	69	-
PVC	2,25	0,0001	27	-

Tableau H.1 – Paramètres du modèle de Wang et Schmugge pour les différents gâteaux

Les graphiques H.1 pour le Spath et H.2 pour le PVC sont identiques au graphique 5.31 fait pour le talc sauf par le fait que dans le graphique du PVC le gâteau partialement saturée n'a pas été conçu, en raison de la difficulté de former un gâteau partialement saturé en eau et homogène dans sa distribution.

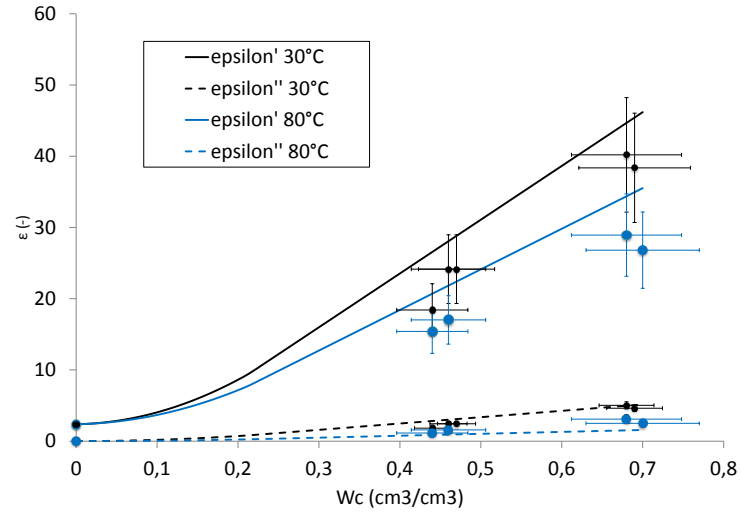


FIGURE H.1 – Mesures de validation pour le modèle de permittivité complexe des gâteaux de filtration de Spath

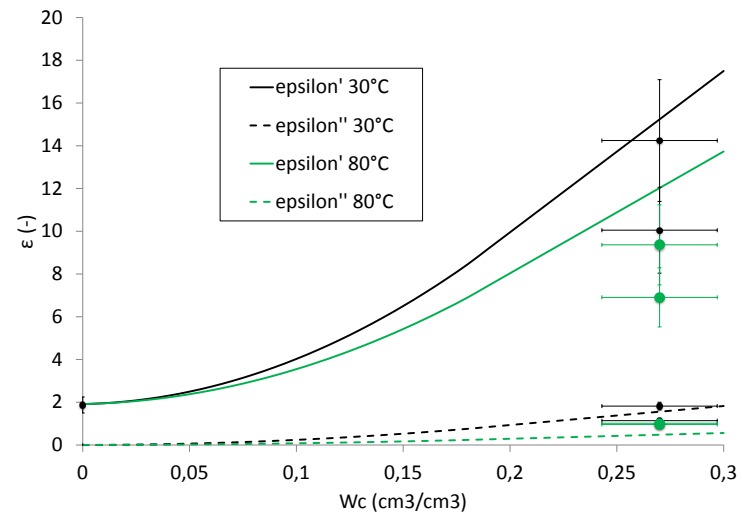


FIGURE H.2 – Mesures de validation pour le modèle de permittivité complexe des gâteaux de filtration de PVC

Bibliographie

- [Abb95] M. ABBAS : *Mesures dielectriques et thermiques d'adhesifs en fonction de la temperature en vue de la modelisation a 2.45 GHz du chauffage micro-ondes applications a l'assemblage par collage*. Thèse de doctorat, L'Universite Bordeaux 1, 1995.
- [Ade06] ADEME : Separation mecanique. Rapport technique, Ademe, 2006.
- [BC64] R.H. BROOKS et A.T. COREY : Hydraulic properties of porous media. *Colorado state university hydrology papers*, 3:1–27, 1964.
- [BEAB99] P. BLAZY, J. EL-AID et J.L. BERSILLON : Decantation aspects theoriques. *Techniques de l'ingenieur*, 1999.
- [Bio06] BIOTEX : Optimisation energetique du sechage du latex naturel. Rapport technique, Ademe, 2006.
- [Bon98] J.M. BONGIOVANNI : *Traitements des boues residuaires par l'association en serie d'une deshydratation mecanique et d'un sechage thermique*. Thèse de doctorat, Universite de Pau et des Pays de l'Adour, 1998.
- [Bor86] P. BOREL : *Etude experimental et modelisation de la filtration centrifuge. Application au dimensionnement des essoreuses*. Thèse de doctorat, INP Toulouse, 1986.
- [BW87] R. BUSCALL et L.R. WHITE : The consolidation of concentrated suspensions. part 1. the heory of sedimentation. *J.Chem.Soc.Faraday Trans*, 83:873–891, 1987.
- [CAK94] G.G. CHASE, J. ARCONTI et J. KANEL : The effect of filter cakes on filter medium resistance. *Separation science and technology*, 29-16:2179–2196, 1994.
- [Cha96] J. CHATELET : Systemes optroniques semi-actifs : Application du laser a la granulimetrie. *Techniques de l'ingenieur*, 1996.

BIBLIOGRAPHIE

- [CMP96] T. CONSTANT, C. MOYNE et P. PERRE : Drying with internal heat generation : Theoretical aspects and application to microwave heating. *AIChE Journal*, 42(2):359–367, 1996.
- [Con92] T. CONSTANT : *Le sechage combine convection micro-ondes : modelisation - validation - optimisation*. Thèse de doctorat, L’Institut National Polytechnique de Lorraine, 1992.
- [CS90] P. CHEN et P.S. SCHMIDT : An integral model for drying of hygroscopic and nonhygroscopic materials with dielectric heating. *Drying Technology*, 8(5):907–930, 1990.
- [CVVP07] S. COUTURIER, M. VALAT, J. VAXELAIRE et J.R. PUIGGALI : Enhanced expression of filter cakes using a local thermal supply. *Separation and Purification Technology*, 57(2):321–328, 2007.
- [DUHER85] M.C. DOBSON, F.T. ULABY, M.T. HALLIKAINEN et M.A. EL-RAYES : Microwave dielectric behavior of wet soil - part ii : Dielectric mixing models. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, GE-23(1):35–46, 1985.
- [FX94] D.G. FREDLUND et A. XING : Equations for the soil-water characteristic curve. *Canadian Geotechnical Journal*, 31(4):521–532, 1994.
- [FXH94] D.G. FREDLUND, A. XING et S. HUANG : Predicting the permeability function for unsaturated soils using the soil-water characteristic curve. *Canadian Geotechnical Journal*, 31(4):533–546, 1994.
- [Gai86] C. GAILLEDREAU : Debitmetres-masse. *Techniques de l’ingénieur*, 1986.
- [GB90] J.L. GROLMES et T.L. BERGMAN : Dielectrically-assisted drying of a nonhygroscopic porous material. *Drying Technology*, 8(5):953–975, 1990.
- [Has73] J.B. HASTED : *Aqueous Dielectrics*. Chapman and Hall, 1973.
- [HS99] C. HOSTEN et O. SAN : Role of clogging phenomena in erroneous implications of conventional data analysis of constant pressure cake filtration. *Separation Science and Technology*, 34:1759–1772, 1999.
- [HUD⁺85] M.T. HALLIKAINEN, F.T. ULABY, M.C. DOBSON, M.A. EL-RAYES et L.K. WU : Microwave dielectric behavior of wet soil - part i : Empirical models and experimental observations. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, GE-23(1):25–34, 1985.

- [Kyn52] G.J. KYNCH : A theory of sedimentation. *Transactions of the Faraday Society*, 48:166–176, 1952.
- [Lam92] K. LAMKAOUCHI : *L'eau : etalon dielectrique. Etude de lois dielectriques a l'eau et a des emulsions de petrole mesurees en micro-ondes*. Thèse de doctorat, L'universite de Bordeaux 1, 1992.
- [Leg08] B. LEGER : *Etude de l'essorage en vue d'assister thermiquement le procede*. Thèse de doctorat, Universite Bordeaux 1, 2008.
- [LHS72] D.W. LYONS, J.D. HATCHER et J.E. SUNDERLAND : Drying of a porous medium with internal heat generation. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 15(5):897–905, 1972.
- [LVJ+06] B. LEGER, M. VALAT, W. JOMAA, S. COUTURIER et J.R. PUIGGALI : Drainage kinetic : filter media hydraulic resistance effect. In *2nd European conference of filtration and separation, Compiègne*, 2006.
- [MF09] V.L. MIRONOV et S.V. FOMIN : Temperature and mineralogy dependable model for microwave dielectric spectra of moist soils. *Piers online*, 5:411–415, 2009.
- [MKF09] V.L. MIRONOV, L.G. KOSOLAPOVA et S.V. FOMIN : Physically and mineralogically based spectroscopic dielectric model for moist soils. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 47(7):2059–2070, 2009.
- [MKW⁺13] V. MIRONOV, Y. KERR, J.P. WIGNERON, L. KOSOLAPOVA et F. DEMONToux : Temperature- and texture-dependent dielectric model for moist soils at 1.4 ghz. *Geoscience and Remote Sensing Letters, IEEE*, 10:419–423, 2013.
- [MP91] C. MOYNE et P. PERRE : Processes related to drying. part i. theoretical model. *Drying Technology*, 9(5):1135–1152, 1991.
- [NS58] E. NENNIGER et J.A. STORROW : Drainage of packed beds in gravitational and centrifugal force fields. *AIChE Journal*, 4(3):305–316, 1958.
- [Oli89] L. OLIVEROS : Masses volumiques et densites des solutions aqueuses. *Techniques de l'ingenieur*, 1989.
- [Pet93] G. PETRECCA : *Industrial Energy Management. Principles and Applications*. Springer Link, 1993.
- [PM91] F. PERRE et C. MOYNE : Processes related to drying. part ii. use of the same model to solve transfers both in saturated and

BIBLIOGRAPHIE

- unsaturated porous media. *Drying Technology*, 9(5):1153–1179, 1991.
- [RRO03] G. ROUSSY, J.F. ROCHAS et C. OBERLIN : Chauffage dielectrique : Technologies. *Techniques de l'ingenieur*, 2003.
- [Rut35] B.F. RUTH : Studies in filtration : Derivation of general filtration equations. *Industrial and engineering chemistry*, 27,6:708–723, 1935.
- [Sac00] J.F. SACADURA : *Initiation aux Transferts thermiques*. Tec & Doc Lavoisier, 2000.
- [SG09] K. SALEH et P. GUIGON : Caracterisation et analyse des poudres proprietes physiques des solides divises. *Techniques de l'ingenieur*, 2009.
- [SMM81] M. SHIRATO, T. MURASE et H. MORI : Gravitational drainage of granular packed bed. *Int. Chem. Eng.*, 21 (2):294, 1981.
- [SMM83] M. SHIRATO, T. MURASE et H. MORI : Centrifugal deshydration of packed particulate bed. *Int. Chem. Eng.*, 23 (2):298–306, 1983.
- [SNOT87] M. SAMBUCHI, H. NAKAKURA, K. OSASA et F.M. TILLER : Theory of batchwise centrifugal filtration. *AIChE Journal*, 33(1):109–120, 1987.
- [TC60] F.M. TILLER et H.R. COOPER : The role of porosity in filtration : Iv. constant pressure filtration. *AIChE Journal*, 6:595–601, 1960.
- [TC77] F.M. TILLER et J.R. CRUMP : Solid-liquid separation : An overview. *Chemical Engineering Progress*, 73(10):65–75, 1977.
- [TCVHU80] F.M. TILLER, J.R. CRUMP et F. VILLE HOUSTON UNIV. : *A revised approach to the theory of cake filtration*. 1980.
- [TH83] F.M. TILLER et L. HORNG : Hydraulic deliquoring of compressible filter cakes. reverse flow in filter presses. *AIChE Journal*, 29:297–305, 1983.
- [Thu89] J. THUERY : *Les micro-ondes et leurs effets sur la matiere*. Technique et documentation Lavoisier, 1989.
- [TK98] F.M. TILLER et J.H. KWON : Role of porosity in filtration : Xiii. behavior of highly compactible cakes. *AIChE Journal*, 44(10):2159–2167, 1998.
- [TL80] F.M. TILLER et W.F. LEU : Basic data fitting in filtration. *J Chin Inst Chem Eng*, 11(2):61–70, 1980.

-
- [TL82] F.M. TILLER et W. LEU : Cake compressibility - critical element in solid-liquid separation. *In World Filtration Congress III*, 1982.
- [TL83] F.M. TILLER et W. LEU : Experimental study of the mechanism of constant pressure cake filtration : Clogging of filter media. *Separation science and technology*, 18,13:1351–1369, 1983.
- [TYTC87] F.M. TILLER, C.S. YEH, C.D. TSAI et W. CHEN : Generalised approach to thickening, filtration, and centrifugation. *Filtration and Separation*, 24(2):121–126, 1987.
- [TYWC93] I. TOSUN, U. YETIS, M.S. WILLIS et G.G. CHASE : Specific cake resistance : myth or reality? *Water science technology*, 28:91–101, 1993.
- [Wak79a] R.J. WAKEMAN : Low-pressure dewatering kinetics of incompressible filter cakes. i. variable total pressure loss or low-capacity systems. *International Journal of Mineral Processing*, 5:379–393, 1979.
- [Wak79b] R.J. WAKEMAN : Low-pressure dewatering kinetics of incompressible filter cakes, ii. constant total pressure loss or high capacity systems. *International Journal of Mineral Processing*, 5(4):395 – 405, 1979.
- [Wal06] D. WALRAVEN : Understanding swr by example. *QST Journal of ARRL*, 2006.
- [Whi77] S. WHITAKER : Simultaneous heat, mass, and momentum transfer in porous media : A theory of drying. *Advances in Heat Transfer*, 13(C):119–203, 1977.
- [WMC11] W. WANG, H. MA et G. CHEN : A model for drying of porous materials : From generality to specific applications. *Drying Technology*, 29(13):1542–1555, 2011.
- [WS80] J.R. WANG et T.J. SCHMUGGE : An empirical model for the complex dielectric permittivity of soils as a function of water content. *Geoscience and Remote Sensing, IEEE Transactions on*, GE-18:288–295, 1980.
- [WT80] M.S. WILLIS et I. TOSUN : A rigorous cake filtration theory. *Chemical engineering science*, 35:2427–2438, 1980.
- [WV76] R.J. WAKEMAN et A. VINCE : A preliminary investigation of gravity drainage from particulate beds. *International Journal of Mineral Processing*, 3:193–206, 1976.
-

BIBLIOGRAPHIE

- [WV84] R.J. WAKEMAN et A. VINCE : *Solid-Liquid Separation. Chapter 8. A Preliminary Investigation of Gravity Drainage from Particulate Beds*. Ellis Horwood, 1984.
- [WV86a] R.J. WAKEMAN et A. VINCE : Engineering model for kinetics of drainage for centrifuge cakes. *Chem Eng Res Des*, 64:104–108, 1986.
- [WV86b] R.J. WAKEMAN et A. VINCE : Kinetics of gravity drainage from porous-media. *Chemical engineering research & design*, 64:94–103, 1986.
- [YIM84] S.S. YIM : *Filtration sur gâteau compressible*. Thèse de doctorat, I.N.P. Toulouse, 1984.
- [Zei78] K. ZEITSCH : Theory of centrifugal drainage. *In Int. Symp. of liquid/solid separation, Antwerp*, 1978.